



Recherche de paramètres morphologiques influents pour la prévision des caractéristiques mécaniques d'un acier austénoferritique

Laure Messiaen

► To cite this version:

Laure Messiaen. Recherche de paramètres morphologiques influents pour la prévision des caractéristiques mécaniques d'un acier austénoferritique. Topologie géométrique [math.GT]. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1997. Français. <NNT : 1997ENMP0764>. <tel-00817970>

HAL Id: tel-00817970

<https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00817970>

Submitted on 25 Apr 2013

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

ÉCOLE NATIONALE SUPÉRIEURE DES MINES DE PARIS

**Recherche de paramètres morphologiques
influent pour la prévision
des caractéristiques mécaniques
d'un acier austénoferritique**

THÈSE

présentée devant
l'École Nationale Supérieure des Mines de Paris
par

Laure Messiaen

pour obtenir le titre de Docteur en Morphologie Mathématique

Soutenue le 27 juin 1997 à Saint-Etienne devant le jury composé de :

MM.	Dominique	JEULIN	<i>Président</i>
	Yves	BRÉCHET	<i>Rapporteur</i>
	Daniel	SERANT	<i>Rapporteur</i>
	Serge	BEUCHER	<i>Examineur</i>
	Laurent	CARRARO	<i>Examineur</i>
	Jean-Paul	MASSOUD	<i>Examineur</i>
	Frank	MONTHEILLET	<i>Examineur</i>

ÉCOLE NATIONALE SUPÉRIEURE DES MINES DE PARIS

Recherche de paramètres morphologiques influent pour la prévision des caractéristiques mécaniques d'un acier austénoferritique

THÈSE

présentée devant
l'École Nationale Supérieure des Mines de Paris
par

Laure Messiaen

pour obtenir le titre de Docteur en Morphologie Mathématique

Soutenue le 27 juin 1997 à Saint-Etienne devant le jury composé de :

MM.	Dominique	JEULIN	<i>Président</i>
	Yves	BRÉCHET	<i>Rapporteur</i>
	Daniel	SERANT	<i>Rapporteur</i>
	Serge	BEUCHER	<i>Examineur</i>
	Laurent	CARRARO	<i>Examineur</i>
	Jean-Paul	MASSOUD	<i>Examineur</i>
	Frank	MONTHEILLET	<i>Examineur</i>

Résumé :

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques sont couramment utilisés dans l'industrie (nucléaire en particulier) pour leurs bonnes propriétés, notamment mécaniques. Cependant ces aciers sont susceptibles de "vieillir" en cours d'utilisation à des températures élevées. Comme ces propriétés (résilience, ténacité) sont souvent très dispersées et se dégradent lors du vieillissement, on cherche à les prévoir avec la plus grande précision possible. Pour ce faire on propose d'expliquer une partie de la dispersion observée sur la résilience par des paramètres mesurables, liés à la morphologie biphasée et bipercolée particulièrement complexe de ces aciers.

Cette morphologie est d'abord caractérisée à partir de l'observation d'images en 2D et de la reconstitution d'une image en 3D. Parallèlement on précise la genèse de cette microstructure. Au vu des observations et analyses précédentes, les outils classiques de la morphologie mathématique peuvent être utilisés pour quantifier par analyse d'image cette structure et proposer des variables pertinentes.

En utilisant un modèle paramétrique pour décrire le comportement de la résilience, on montre l'influence d'un paramètre morphologique -la finesse de la microstructure- sur cette dernière. Dans le cas des produits très vieillis -le plus important en pratique-, le manque de données disponibles ne permet pas de proposer un modèle de résilience qui tienne compte de cette variable morphologique.

Un modèle mathématique de la structure 3D du matériau est enfin proposé : une chaîne de Markov homogène de processus spatiaux 3D dont l'évolution dans le temps mime la solidification. La morphologie de la microstructure est ainsi résumée à 8 paramètres. Ce modèle est susceptible d'être couplé avec un modèle de résilience pour élargir ses possibilités de prévision. Il pourrait également être utilisé pour servir de base à des modélisations ultérieures de l'endommagement et de la rupture de matériaux biphasés.

Mots-clés :

analyse d'image - austéno-ferritique - chaîne de Markov - inférence - modèle - morphologie - microstructure 3D - prévision - résilience - solidification.

Abstract:

Duplex stainless steels are commonly used (among others in nuclear industry) for their good properties. However these steels may “age” in service condition at high temperatures. As their mechanical properties (charpy impact toughness, resistance to ductile tearing) are often very scattered and tend to decrease after ageing, it has become essential to predict them with high precision. For this, we propose to explain a part of the scattering of the mechanical properties with measurable parameters in relation with the particularly complicated two-phase morphology.

The two-phase and bipercolated morphology of the ferrite and austenite phases is first characterised from the observation of 2D images and from the reconstitution of a 3D image. At the same time we precise the genesis of the formation’s mechanisms of the structure (germination and growth of the austenitic phase in the solidified ferritic one) in relation with the literature.

The morphological characteristics so observed corresponding with classical notions of mathematical morphology, -size, covariance, connexity-, we use morphological operators to measure morphological variables by image analysis.

We establish then a link between toughness and a parameter measuring fineness of the morphology. The lack of data for very aged steels prevent us from proposing a model of toughness which could take this parameter into consideration at these ageing states, for which it is properly the more crucial to obtain specially precise predictions.

A mathematical model of the 3D structure of the steel is finally proposed. We choose an homogeneous Markov chain of 3D spatial processes, whose evolution in time mimes the solidification. The morphology of the microstructure is so summarised with 8 parameters. This model is liable to be coupled with a model of toughness, for which it would so enlarge the possibilities of prediction. It could also be used to simulate subsequently the damage and the rupture of two-phase materials.

Avant Propos

Ce travail a été réalisé principalement à l'École des Mines de Saint-Etienne et en collaboration avec l'École des Mines de Paris dans le cadre d'un contrat entre L'E.M.S.E. et E.D.F. (Septen).

Je voudrais remercier Laurent Carraro pour tout et je le remercie en particulier pour la qualité de son encadrement et pour l'amitié et la confiance qu'il m'a donnée. Je remercie aussi pour avoir encouragé ce travail toute l'équipe de mathématiques appliquées et surtout d'amis Xavier, Franck, Yves, Eric et Jean-Marie.

Je remercie Jean-Paul Massoud pour avoir également encadré ce travail et m'avoir toujours accueillie avec une disponibilité, une qualité d'écoute et une compétence qui m'ont été précieuses. J'associe à ces remerciements Dominique et Agnès pour toute l'aide qu'ils m'ont apportée avec tant de gentillesse.

A l'École des Mines de Saint Etienne de nouveau, je remercie tous ceux, métallurgistes, chimistes et informaticiens qui n'ont pas hésité à me donner un sérieux coup de main, en particulier Paul, Laurent et Marc. Merci à Frank Montheillet d'avoir participé au jury en particulier, et merci à tous ceux qui ont moralement ou concrètement encouragé ce travail.

Je remercie Serge Beucher pour avoir accepté d'encadrer mon travail à l'École des Mines de Paris et Dominique Jeulin pour tout le temps et l'intérêt qu'il m'a consacrés à l'occasion de cette étude mais aussi d'avoir accepté de présider le jury. J'ai retrouvé à chaque passage aux centres de morphologie mathématique et de géostatistique des amis de bon conseils, merci en particulier à Chantal, Christian, Françoise, Jacques, Laura, Liliane, Pascal, Pierre et Philippe.

Je suis très reconnaissante à Yves Bréchet et à Daniel Serant d'avoir rempli la lourde tâche d'être les rapporteurs de ma thèse, et de manière aussi approfondie et constructive.

Je remercie enfin toute ma famille pour m'avoir supportée, aidée et encouragée jusqu'au bout des mes études.

Table des matières

Introduction	3
1 Présentation	5
1 Contexte et objectif	5
1.1 Contexte de l'étude	5
1.2 Objectif de l'étude	7
2 Données matériau et démarche	7
2.1 Matériau étudié	8
2.2 Démarche	15
2 Approche qualitative de la morphologie	19
1 Où trouver des idées de variables morphologiques?	20
1.1 Dans les précédentes études,...	20
1.2 sur les images,...	20
1.3 et dans les livres.	20
2 Comment appréhender la structure 3D?	25
2.1 En reconstituant une image 3D et en la visualisant	25
2.2 En étudiant sa genèse	31
3 Conclusion et perspectives	46
3 Analyse quantitative de la morphologie	47
1 La morphologie mathématique	48
1.1 Un principe adapté à nos besoins	48
1.2 Des propriétés adaptées à nos exigences et à nos données	48
1.3 Des variables morphologiques adaptées à nos observations	50
1.4 Conclusion	63
2 Les mesures	63
2.1 Choix des images	64
2.2 Résultats	70
2.3 Conclusion et perspectives	77

4	Lien entre la résilience et la morphologie	79
1	Introduction	79
1.1	Problème	79
1.2	Objectifs	80
2	Influence de la finesse de la morphologie sur la résilience . . .	81
2.1	Moyens	81
2.2	Forme du modèle	81
2.3	Inférence	83
2.4	Conclusion	100
3	Observations	100
3.1	Relation entre résilience et finesse de la morphologie . .	100
3.2	Relation entre la vitesse de solidification et λ	100
3.3	Relation entre le fabricant et la résilience	102
4	Conclusion	103
5	Modélisation de la morphologie et simulations	105
1	Modèle	105
1.1	Pourquoi un modèle?	105
1.2	Comment choisir le modèle?	106
1.3	Quel objet mathématique pour le modèle?	107
1.4	Le modèle	110
2	Inférence	134
2.1	Simulations	135
2.2	Ajustement des paramètres	139
3	Conclusion	147
	Conclusion	149

Introduction

La prévision des caractéristiques mécaniques macroscopiques des aciers austénoferritiques utilisés dans le circuit primaire des centrales nucléaires est rendue nécessaire par le vieillissement de ces aciers, lié à leur maintien de longue durée à des températures $> 280^{\circ}\text{C}$. Malheureusement, la dispersion des mesures de ces grandeurs mécaniques, ténacité et résilience en particulier, est très importante, ce qui diminue fortement la précision des prévisions possibles.

On propose d'expliquer la variabilité de la résilience de ces aciers, non pas directement par des différences de conditions de fabrication, pour lesquelles on ne dispose pas d'assez de renseignements, mais en passant par l'intermédiaire de la connaissance de la structure biphasée à l'échelle microscopique, et plus précisément de sa morphologie.

Après un premier chapitre consacré à une présentation rapide du contexte, de l'objet et des objectifs de cette étude, nous commencerons par une étude qualitative puis quantitative de la morphologie de la microstructure dans les deux chapitres suivants. Ayant ainsi proposé et mesuré par analyse d'image des variables morphologiques susceptibles d'expliquer la variabilité de la résilience, nous prouverons effectivement au quatrième chapitre l'influence d'une de ces variables en proposant un modèle de résilience. Les données nous manqueront pour fournir une précision intéressante pour les aciers les plus fragiles. Le dernier chapitre sera consacré à la construction d'un modèle mathématique 3D de la morphologie biphasée susceptible, s'il était mis en relation avec un modèle de résilience, de permettre la prévision de la résilience en fonction des quelques paramètres du modèle mathématique.

Chapitre 1

Présentation

1 Contexte et objectif

1.1 Contexte de l'étude

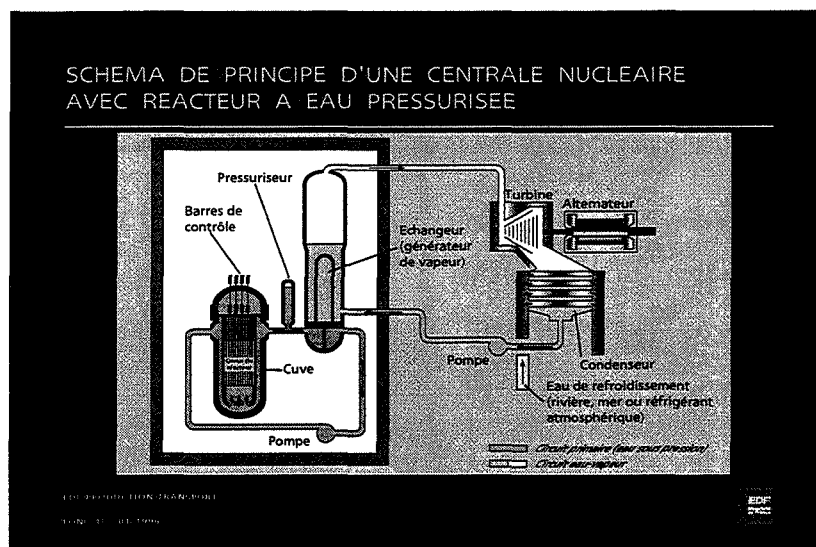


FIG. 1.1 – Schéma d'une centrale nucléaire. L'eau circule dans le circuit primaire à 320°C dans la branche "chaude" (de la cuve vers le générateur de vapeur) et à 280°C dans la branche "froide" au retour.

Les aciers inoxydables austénoferritiques sont employés dans l'industrie nucléaire pour l'élaboration des composants moulés (notamment les tuyauteries) du circuit primaire des réacteurs à eau pressurisée (fig. 1.1).

Le circuit primaire contient l'eau qui sert à refroidir le réacteur et emporte la chaleur vers l'échangeur ou générateur de vapeur (fig. 1.1). Cette eau circule à une température de 320°C sous une pression de 155 bars. Or il s'avère qu'au cours de maintiens de longue durée dans le domaine $280^{\circ}\text{C} \leq T \leq 475^{\circ}\text{C}$, la ferrite de ces aciers biphasés (austénite et ferrite) est le siège de transformations microstructurales susceptibles de les fragiliser. De plus comme tous les produits moulés, ces aciers contiennent des petits défauts de fonderie (ou retassures) qui pourraient, sous l'effet de très fortes sollicitations mécaniques, servir d'amorces à d'éventuelles fissures. Pour des raisons de sécurité, il est nécessaire d'écarter tout risque de rupture des composants en service, sur toute la durée de vie de conception d'une centrale nucléaire, c'est à dire 40 ans.

De vastes programmes de recherche ont donc été entrepris, aussi bien en France qu'aux États-Unis et en Grande-Bretagne, afin de connaître précisément l'état des composants installés ainsi que leurs propriétés mécaniques telle que résilience ou ténacité.



FIG. 1.2 – le coude est d'épaisseur 10 cm et de diamètre 1m.

Les coudes (fig. 1.2) sont les pièces de tuyauterie parmi les plus sollicitées

du circuit primaire du fait de leur géométrie; ils seront plus particulièrement le sujet de notre étude.

1.2 Objectif de l'étude

L'objectif essentiel de cette étude est de préciser et de quantifier le rôle de la morphologie biphasée sur les propriétés mécaniques (résilience, ténacité, traction...) généralement très dispersées, -tant à l'état vieilli que non vieilli-, de cet acier.

Il a parfois été montré [Mas90] que cette dispersion pouvait être due en partie à des différences de morphologie de la microstructure biphasée (ferrite et austénite). Ces différences de morphologie peuvent expliquer des dispersions observées à l'intérieur d'un composant massif mais plus difficilement les dispersions qui peuvent se rencontrer entre composants issus de fabricants différents.

On peut donc espérer, en étudiant la morphologie particulièrement compliquée de la microstructure de l'acier austéno-ferritique, faire apparaître des caractéristiques morphologiques quantifiables qui trahiraient les différences de fabrication responsables de la variabilité du comportement mécanique particulièrement conséquente après vieillissement.

C'est cette piste que nous allons suivre pour tenter d'expliquer cette dispersion dans le but ultime de réduire l'incertitude sur les prévisions des propriétés mécaniques pour les forts vieillissements.

Notre premier objectif est donc de caractériser la morphologie du matériau à l'échelle microscopique, c'est à dire de trouver quelques variables mesurables caractéristiques de la forme des deux phases, ferrite et austénite. Notre deuxième objectif sera de déterminer des liens quantitatifs entre ces grandeurs et les propriétés mécaniques afin d'expliquer une partie de leur dispersion.

2 Données matériau et démarche

Avant de savoir de quelle manière nous chercherons à atteindre ces objectifs, nous commencerons par faire le tour des connaissances qualitatives et quantitatives que nous pourrons utiliser pour comprendre les particularités de la morphologie de l'acier austéno-ferritique et ses conséquences sur le mode de rupture.

2.1 Matériau étudié

2.1.1 Conditions de fabrication

Les coudes ont été fabriqués par moulage en acier de type Z3 CND 20-09 (acier allié à 20% de Cr et 9% de Ni, les autres éléments d'alliage sont principalement Mo, Si, Ti, Nb, Mn, C, N, Cu). Leur composition chimique est toutefois assez variable autour de ces teneurs pour donner des proportions assez différentes pour deux phases de l'alliage austéno ferritique obtenu : la teneur en ferrite varie de 7% à 30%.

Des lingotins d'essai sont coulés en même temps que les coudes. A l'issue des différentes phases du moulage, les coudes ont subi une hypertrempe à l'eau, à la température de 1100°C .

Trois zones singulières découlent de la technologie de moulage : zones sous refroidisseur (sous les refroidisseurs débute la solidification, rapide), zone sous masselotte (les masselottes sont des réservoirs de fin de solidification, la solidification y est plus lente) et zone courante (voir fig. 1.3). Nous comparerons plus loin leur morphologie.

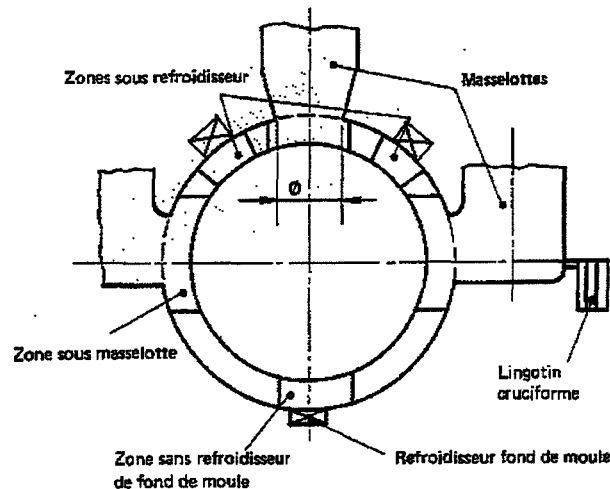


FIG. 1.3 – schéma de principe d'un coude en coupe et de ses zones singulières issues de la technologie de moulage, extrait de [Mas90].

À l'issue de sa gamme de fabrication, cet acier présente une morphologie biphasée. Ses deux phases, l'austénite et la ferrite, sont deux solutions solides à base de fer (éventuellement en fer pur). Elles sont notées γ et α (voire δ à haute température) et correspondent aux deux structures cristallographiques du fer pur γ et α :

- . cubique faces centrées (c.f.c.), γ .
- . cubique centrée (c.c.), α .

Les éléments chimiques présents dans le cas de solutions solides se distinguent par leur caractère α -gènes (Cr, Mo, Si, Ti, Nb) ou γ -gènes (Ni, Mn, C, N, Cu) selon qu'ils favorisent l'une ou l'autre des structures. Les α -gènes (resp. γ) sont souvent de structure α (resp. γ) et ont une meilleure solubilité dans α (resp. γ).

Décrivons maintenant rapidement (nous compléterons dans le chapitre suivant) la structure observée à partir de coupes métallographiques aux échelles macroscopique (à l'oeil nu), et microscopique, ($\times 50$ typiquement). Cela nous permettra d'avoir une première idée des problèmes particuliers que suggère cette morphologie.

2.1.2 Macrostructure

Les examens macrographiques après attaque à la soude dans différentes zones d'un composant massif [Mas90] mettent en évidence une structure de grains résultant de la solidification en ferrite et de la transformation partielle de la ferrite en austénite à l'état solide.

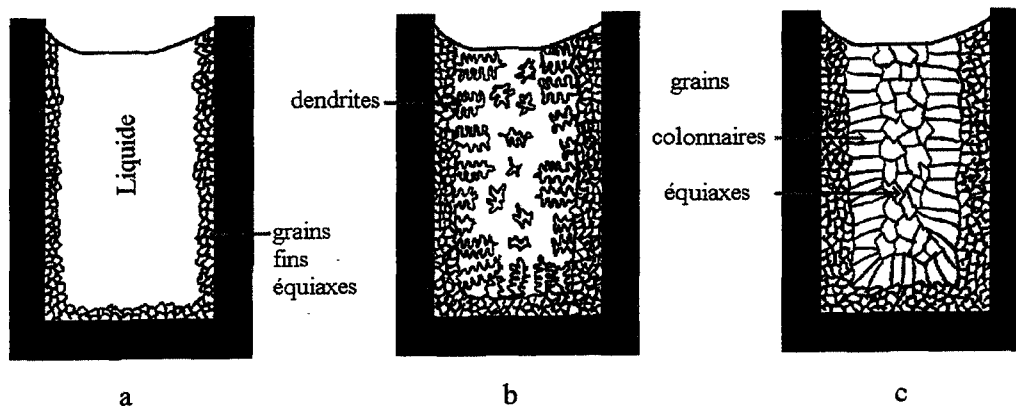


FIG. 1.4 – Structure de solidification typique d'un lingot d'alliage coulé [Dri92] : on distingue 3 zones de formes de grains homogènes. Les petits grains équiaxes qui se forment en peau où le refroidissement est très rapide apparaissent en premier (a). Puis des dendrites se forment dans la direction du gradient thermique. Elles cassent à cause des courants de convection dans la partie centrale (b). Les dendrites deviennent des grains colonnaires (c) en fin de solidification, on parle aussi de zone basaltique. Autour des dendrites cassées en particulier se forment dans la partie centrale des grains équiaxes de taille moyenne (c), car le gradient thermique y est moins fort.

La macrostructure est presque classique (cf fig. 1.4) [Dri92] : il n'y a pas de petits grains équiaxes en peau, des zones en peau externe et en peau interne

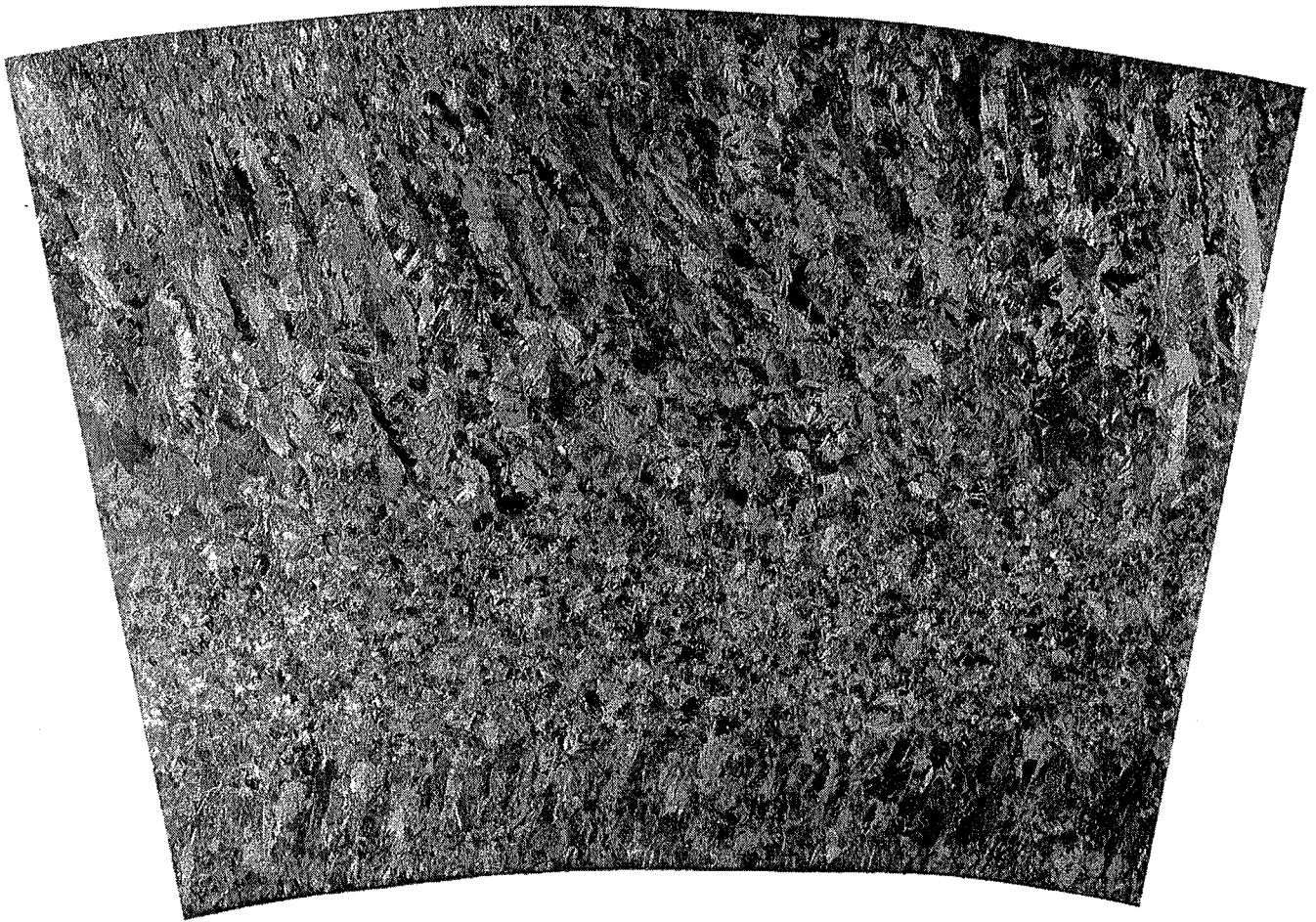


FIG. 1.5 – coupe macrographique du coude en zone sous refroidisseur ($\times 1$).

du coude présentent des structures basaltiques à gros grains qui s'étendent sur des épaisseurs variables (parfois jusqu'à plus du tiers de l'épaisseur) (fig. 1.5). Sous les refroidisseurs (fig. 1.3), des zones entièrement basaltiques à grains fins se développent depuis l'emplacement du refroidisseur jusqu'à coeur du coude. Les zones sous masselottes (fig. 1.3) sont équiaxes (isotropes) à grains fins comme les zones à coeur du coude (fig. 1.4).

Il est en fait un peu abusif de parler de grains de ferrite, car les grains ferritiques qui sont apparus lors de la solidification se sont partiellement transformés en austénite (voir chapitre 2), mais on distingue encore les formes de ces anciens grains, que l'on appelle parfois les grains primaires. L'ordre de grandeur du rayon du grain primaire ferritique équiaxe est le *mm*.

2.1.3 Microstructure

La microstructure est complexe et difficile à décrire (fig. 1.6, 1.7).

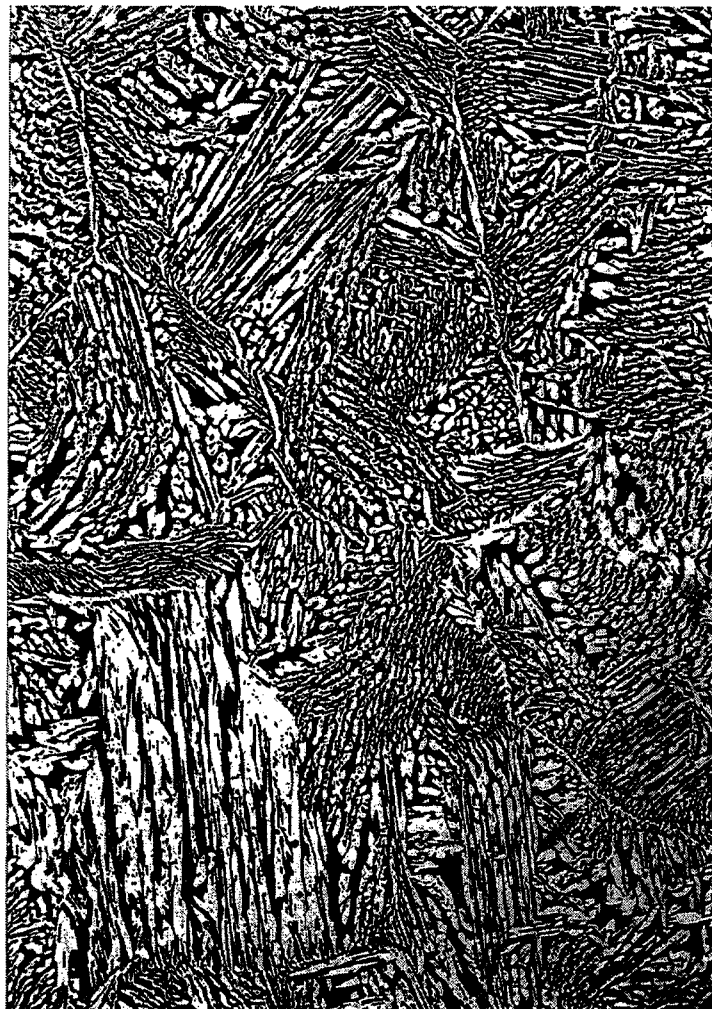


FIG. 1.6 – *Micrographie d'un échantillon de coude en zone courante, attaqué à la soude, au grossissement $\times 15$. La matrice ferritique apparaît en gris très sombre et l'austénite en gris très pâle.*

Remarquons simplement que les anciens joints de grains ferritiques¹ sont souvent bordés de liserés austénitiques (voir fig. 1.6).

A l'intérieur des grains primaires de ferrite, on a pris l'habitude de décrire les formes élémentaires de ferrite et d'austénite comme des brins pour la ferrite

1. les grains basaltiques ou équiaxes dont on a parlé dans le paragraphe précédent se sont a priori formés entièrement en ferrite lors de la solidification, puis l'austénite serait apparue ensuite d'abord préférentiellement aux joints de ces grains, voir chapitre 2

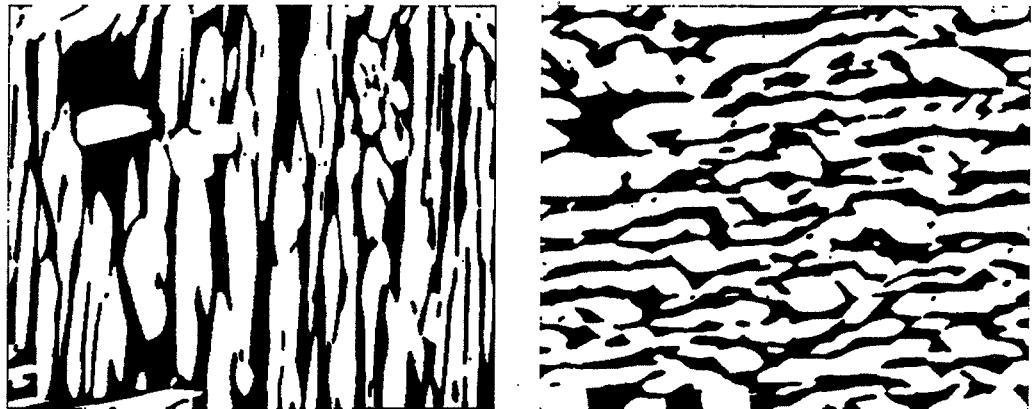


FIG. 1.7 – Micrographies de deux échantillons de coude à l'intérieur d'une colonie, à droite en zone sous masselotte $\times 60$ et à gauche en zone sous refroidisseur $\times 120$.

(car généralement allongés et connectés entre eux) et des îlots d'austénite (car plutôt convexes mais également connectés) ([Jol92], [Ver95]). Ils sont plus ou moins allongés, regroupés par paquets que l'on appelle des colonies. On trouve en général plusieurs paquets de directions différentes dans un ancien grain ferritique.

On sait par ailleurs que les deux phases sont interconnectées en 3D, grâce à une expérience de dissolution de l'austénite, très difficile et longue à réaliser (J. Champredonde [Cha90]). Ce type de structure est dite "en éponge" (fig. 1.8).

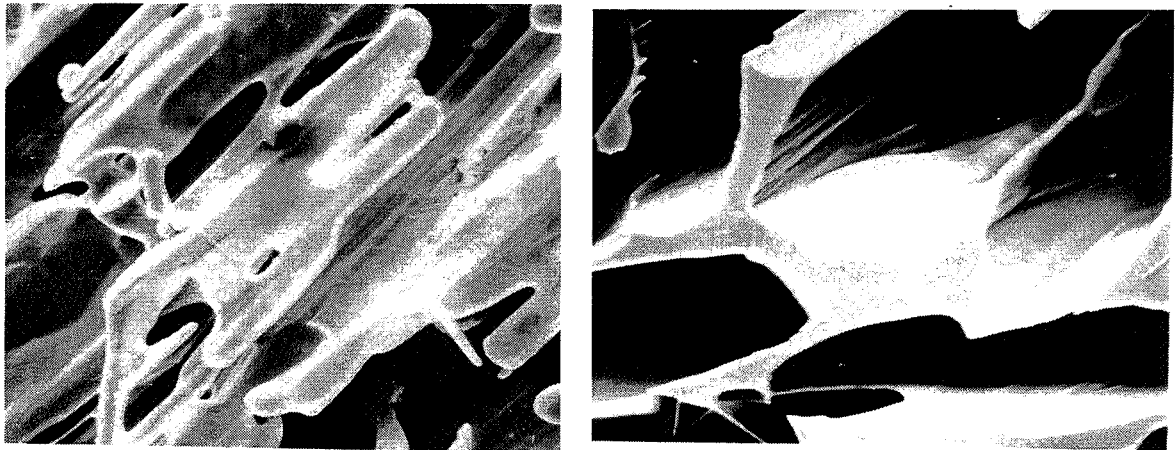


FIG. 1.8 – squelette ferritique obtenu après dissolution sélective de l'austénite ($\times 750$), dans un acier à 9,5% de ferrite extrait de [Cha90].

Nous venons de comprendre que la morphologie ne sera pas facile à quantifier, apprenons maintenant comment cette morphologie est susceptible d'influencer les modes de rupture de l'acier : nous reprenons pour cela les conclusions des trois études précédemment citées de B. Verhaeghe [Ver95], et P. Joly [Jol92] sur le mode de rupture de la microstructure et de J.P Massoud [Mas90].

2.1.4 Mode de rupture

Les études microstructurales des modes de déformation et de rupture de cet acier lorsqu'il est vieilli mettent en avant le rôle de sa morphologie dans ces mécanismes ([Jol92] et [Ver95]).

Précisons que plus la ferrite vieillit plus son mode de rupture est fragile, alors que l'austénite reste ductile.

Ces études rapportent que dans l'acier vieilli soumis à des contraintes (traction par exemple), la ferrite clive la première puis provoque le déchirement de l'austénite. D'après P.Joly [Jol92], et pour un matériau très proche (moulé centrifugé et non statique), la rupture se produit par germination, croissance et coalescence de cavités dans la ferrite (fig. 1.9). Les germes de fissures forment des amas et continuent à apparaître tout au long de la déformation. L'hétérogénéité de l'endommagement est liée à l'orientation des deux phases.

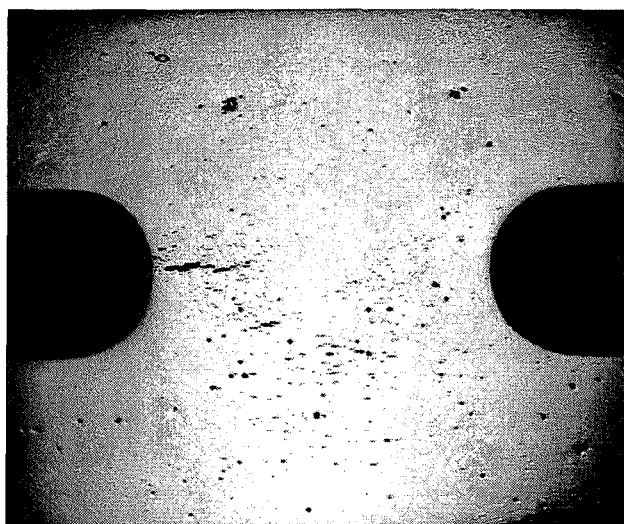


FIG. 1.9 – Éprouvette de traction.

B.Verhaeghe [Ver95], pour un matériau presque identique au nôtre (plaque fabriquée selon le même procédé), précise que les fissures croissent de manière stable dans la ferrite, confinées par la plasticité de l'austénite. Pendant

ce temps d'autres germes de fissures apparaissent. La distance entre les fissures diminue, l'austénite s'étire. Puis les fissures englobent l'austénite et se connectent par déchirement généralisé de celle-ci. B. Verhaeghe souligne le rôle de l'interconnexion des deux phases dans la modélisation de la propagation qu'elle propose.

2.1.5 Caractéristiques mécaniques

J.P. Massoud a observé [Mas90] pour une propriété mécanique particulière, la résilience², que le comportement de cette grandeur semble lié à la morphologie de l'acier soumis aux essais de résilience.

Plus précisément, la résilience d'un coude vieilli ou non varie selon la finesse de sa morphologie dans les différentes zones de ce coude.

Conclusion *La morphologie de la microstructure est complexe et difficile à appréhender en 3D. Pourtant la taille, l'orientation et l'agencement des deux phases semblent jouer un rôle très important dans le mécanisme de rupture à l'échelle macroscopique comme microscopique. Il faudra autant que possible comprendre et quantifier la forme et l'arrangement des deux phases dans l'espace.*

Ajoutons ici que la variable morphologique la plus simple, la teneur en ferrite, est déjà prise en compte dans les modèles mécaniques existant, dans le modèle de résilience en particulier, nous ne chercherons donc pas à quantifier le lien entre cette variable et la résilience. Comme les méthodes expérimentales de mesure de la ferrite sont satisfaisantes, nous ne chercherons pas non plus à en proposer une autre, nous ne parlerons donc plus de la teneur en ferrite.

2.1.6 Représentativité du produit étudié par rapport aux composants installés

Nous disposons d'échantillons pour observer et quantifier la morphologie de la microstructure de la famille d'aciers composant les coudes : des échantillons de lingotins coulés en même temps que les coudes mais aussi des échantillons

2. L'essai de résilience est l'essai mécanique le plus classique et le plus ancien pour caractériser la fragilisation du métal sous l'action d'un choc : on y mesure l'énergie absorbée par la rupture d'une éprouvette entaillée en son milieu et reposant sur deux appuis par un seul coup de mouton pendule [Mae93]. La résilience de symbole général K caractérise la capacité d'un matériau à absorber les chocs sans se rompre. Plus le matériau est fragile, plus la résilience est faible.

d'un coude dit approvisionné et surnommé EK. Ce coude a été coulé uniquement pour lui faire subir toutes les expériences que l'on ne peut pas faire subir aux coudes sur site. Les lingotins ont été fabriqués avec et comme les coudes, (coudes en fonctionnement dans les centrales et donc inaccessibles), pour servir de témoins miniatures. La teneur en ferrite de ce coude témoin a été choisie élevée (30%), pour représenter plus particulièrement les coudes les plus affectés par le vieillissement, dû à la fragilisation de la ferrite.

Le coude EK présente, par rapport aux lingotins, l'avantage d'être de même géométrie que les coudes en fonctionnement, et l'inconvénient de ne pas avoir les mêmes conditions de fabrication que les autres coudes, surtout dans le cas de composition chimique et de fabricant différents. Les lingotins présentent l'avantage d'être dans des conditions de fabrication identiques à celle du coude, hormis les conditions dépendantes de la géométrie (vitesse de refroidissement par exemple).

2.1.7 Échantillons observés

Les échantillons n'ont pas tous la même composition chimique, ni le même fabricant. Ils subissent tous (coude EK et lingotins) des traitements de vieillissement accélérés en four, et c'est d'eux que proviennent les données mécaniques d'acier vieillis que nous utiliserons pour quantifier le lien entre la résilience et la morphologie.

Les échantillons, peuvent être regroupés en quatre familles :

- échantillons des trois zones de refroidissement du coude EK : EKCA, EKCR, EKCM (zones courante, sous Refroidisseur, sous Masselotte)
- échantillons de lingotins de même composition chimique que EK : EKA (lingotin de EK) et DL, DM (lingotins de coude de fabricant différent de celui de EK mais de même composition chimique)
- échantillons de lingotins de coude de composition chimique et fabricant variés BH, BL, BP, BQ, BR, BS, BT, BW, BX, BY, BZ, CA, CB
- échantillons de lingotins de coude de composition chimique sans Molybdène : CU, CX, CW.

2.2 Démarche

Nous venons de rapporter les connaissances et les données dont nous disposons. Notre point de départ étant cerné, nous allons maintenant regarder de plus près nos objectifs pour réfléchir aux pistes que nous allons suivre. Nous pourrons ensuite ordonner nos idées et établir le plan de notre étude

Rappelons que notre premier objectif est de caractériser la morphologie du matériau à l'échelle microscopique, c'est à dire de trouver quelques variables mesurables caractéristiques de la forme des deux phases, ferrite et austénite; notre deuxième objectif est de déterminer des liens quantitatifs entre ces grandeurs et les propriétés mécaniques afin d'expliquer une partie de leur dispersion.

Nous commencerons donc par chercher à définir quelques variables simples, mesurables, caractéristiques de la morphologie 3D. Elles doivent être autant que possible pertinentes vis à vis des propriétés mécaniques macroscopiques.

Toutes ces exigences nous guident pour choisir les méthodes qui nous aideront à définir puis mesurer des variables morphologiques. On veut des variables :

pertinentes :

- . On s'inspirera des conclusions de J.P. Massoud, B. Verhaeghe et P. Joly pour prendre en compte la **taille, l'orientation et la disposition relative en 3D** des deux phases.
- . On s'inspirera également des variations de la résilience, selon les fabricants et selon les zones du coude, pour chercher des variables morphologiques qui varient dans les mêmes conditions, donc à l'échelle macroscopique. Ces variables devront permettre de différencier les microstructures 2D des matériaux qui présentent des caractéristiques mécaniques différentes.

mesurables, simples :

- . On devra trouver une méthode reproductible et rapide pour quantifier les variables proposées. La **morphologie mathématique** appliquée à l'analyse d'image fournit des outils théoriques et pratiques tout à fait adaptés.

peu nombreuses :

- . On voudrait quantifier l'influence de ces variables, par exemple dans un modèle de prévision de la résilience, donc avec peu de paramètres. Pour qu'ils soient tous efficaces, ils ne doivent pas être redondants.

caractéristiques d'une structure 3D :

- . On voudrait trouver des variables mesurables en 2D qui permettent de reconstituer un indice 3D. Cela n'est pas très facile pour cette morphologie complexe et on ne pourra s'en contenter.

- On voudrait mieux connaître les aspects 3D de la microstructure. On cherchera pour cela à la visualiser, à comprendre son mécanisme de formation, la solidification, et à la modéliser.

Ajoutons que le vieillissement ne change pas la morphologie à notre échelle de travail et que nous prendrons des images indifféremment sur des aciers vieillis ou non.

Nous proposons ainsi la démarche suivante :

Dans le chapitre 2, on cherchera à proposer des variables morphologiques en observant les coupes 2D et une image 3D reconstituée à partir de coupes sériées. On cherchera des renseignements sur la structure 3D en étudiant le mécanisme de formation de la structure biphasée.

Dans le chapitre 3, on utilisera la morphologie mathématique pour proposer des familles de grandeurs morphologiques mesurables sur des images. On en tirera quelques variables morphologiques, celles dont les mesures varient dans les mêmes conditions que la résilience, de manière significative et aussi indépendamment que possible des autres variables morphologiques et facteurs connus de la résilience.

Dans le chapitre 4, on cherchera à prouver la relation entre la résilience et les quelques variables morphologiques sélectionnées comme les plus caractéristiques et indépendantes à la fois. On réduira alors une part de l'incertitude sur les prévisions de résilience.

Dans le dernier chapitre, on proposera un modèle mathématique 3D. Il devra ressembler au sens morphologique au matériau réel, tenir compte des informations qualitatives sur la genèse, permettre d'accéder à d'autres variables morphologiques et de compléter le modèle de prévision de la résilience.

Chapitre 2

Approche qualitative de la morphologie

Démarche Pour proposer des variables caractéristiques de la morphologie 3D, nous allons passer par des méthodes variées : l'observation de coupes 2D, la reconstitution d'une image 3D et son observation, la compréhension de la formation de la structure biphasée. Nous nous inspirerons naturellement des variables morphologiques classiques en analyse quantitative d'images. Nous pourrions d'une part préciser et mesurer des variables grâce à la morphologie mathématique dans le chapitre suivant, et d'autre part chercher à compléter ces propositions en proposant un modèle 3D et en observant son comportement morphologique (chapitre 5).

Avertissement La recherche de grandeurs morphologiques nous poussera tout au long de ce chapitre à nous poser des questions variées et à y répondre souvent par l'expérience. Cependant nous devons garder en tête nos objectifs, nous aurons donc constamment le souci de proposer des grandeurs simples, mesurables (en 2D), pertinentes vis à vis du comportement à rupture, et physiquement interprétables en 3D de préférence.

Puisque nous voulons à terme quantifier un lien entre la résilience et ces grandeurs, nous cherchons des variables morphologiques qui varient **dans les mêmes conditions** que la résilience : celle ci varie selon les zones macroscopiques de refroidissement du coude (cf. 2.1.2) et selon les coudes et leurs fabricants. Nos variables morphologiques devront donc être des témoins macroscopiques, à l'échelle des zones de refroidissement, de grandeurs microscopiques, à l'échelle des brins et îlots.

1 Où trouver des idées de variables morphologiques?

1.1 Dans les précédentes études,...

Elles montrent [Mas90], [Jol92], et [Ver95] que la **taille**, l'**orientation** et la **connexité** des deux phases sont impliquées dans le comportement à rupture du matériau. Il va falloir préciser ces variables 3D pour les mesurer ensuite à partir des coupes 2D.

1.2 sur les images,...

Les variables simples (autres que la teneur en ferrite), celles auxquelles on pense en observant quelques¹ micrographies de coupes 2D (figures 2.1, 2.2, 2.3, 2.4) sont la taille, l'orientation des brins de ferrite et des îlots d'austénite. On peut se poser des questions sur la connexité, l'arrangement relatif des deux phases sans avoir d'indice précis à proposer pour l'instant. Tout cela n'est pas très nouveau.

Au delà de la complexité et de la variabilité des formes rencontrées, on remarque sur les coupes 2D que les îlots d'austénite sont connectés entre eux dans la direction allongée plus souvent que dans la direction transverse (figure 2.5). Dans ce sens, on a l'impression que les îlots "se tiennent à bonne distance les uns des autres". Tout se passe comme si un phénomène de **répulsion** gouvernait l'arrangement des îlots par rapport à leurs plus proches voisins. Cela nous conforte dans l'idée qu'un indice qui témoigne de cet arrangement relatif des deux phases nous manque.

1.3 et dans les livres.

Parmi les variables morphologiques classiques en métallurgie quantitative (taille, volume, indices de forme, ...), on ne trouve rien de nouveau qui soit adapté au cas de particules non convexes et surtout totalement interconnectées. La morphologie mathématique nous fournira en particulier un algorithme simple de mesure de la **covariance**² pour quantifier l'effet de répulsion observé.

Nous comptons sur la morphologie mathématique pour nous aider à définir ces variables. Mais sans une idée plus précise de ce qui se passe en 3D,

1. 128 images réalisées sur les 22 échantillons du coude EK et de lingotins de coudes de composition chimique et de fabricant différents

2. voir le chapitre 3 pour la définition mathématique de la covariance, elle est un indicateur de dépendance spatiale.

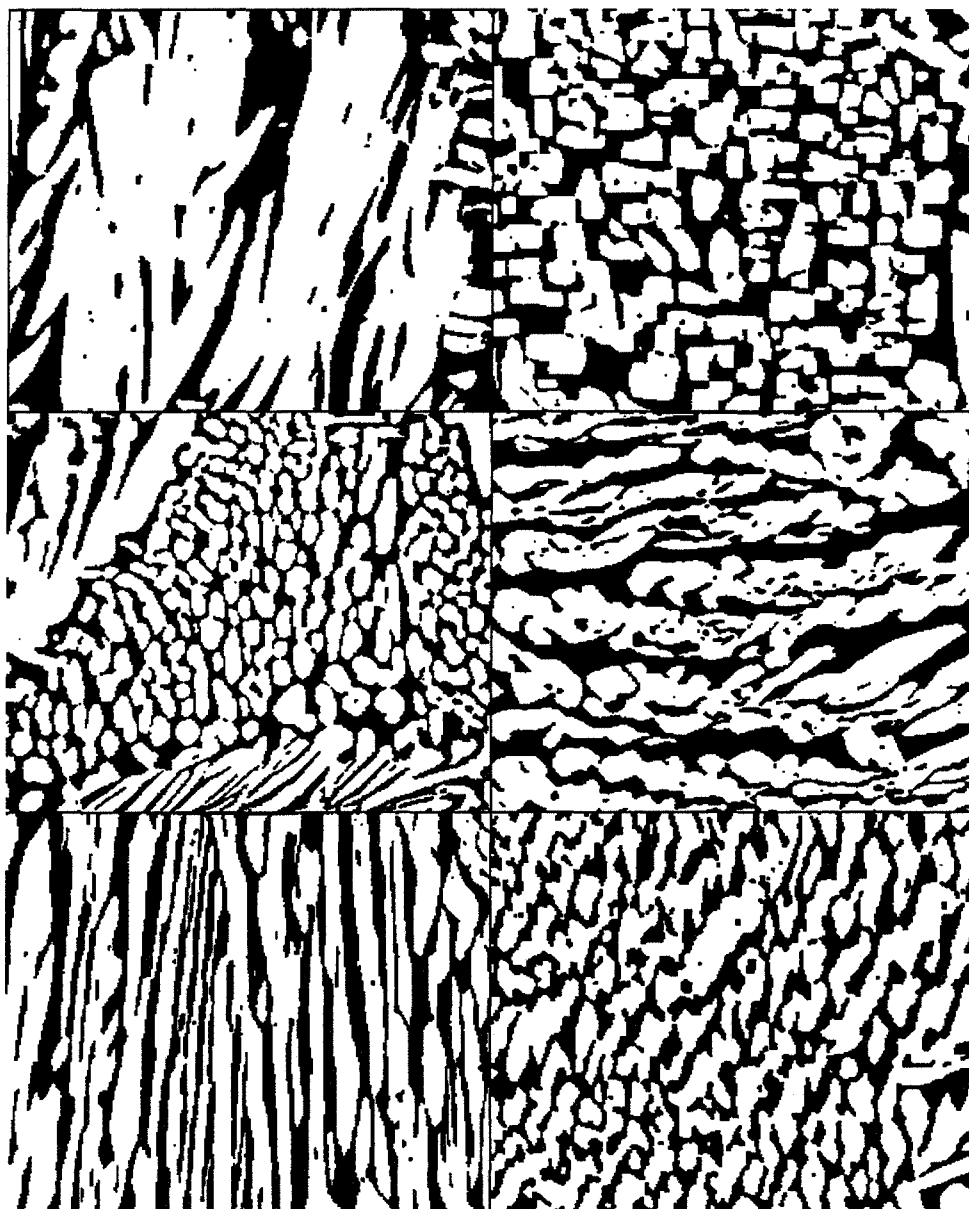


FIG. 2.1 – aspects microstructuraux variés d'échantillons du coude EK ($\times 60$).

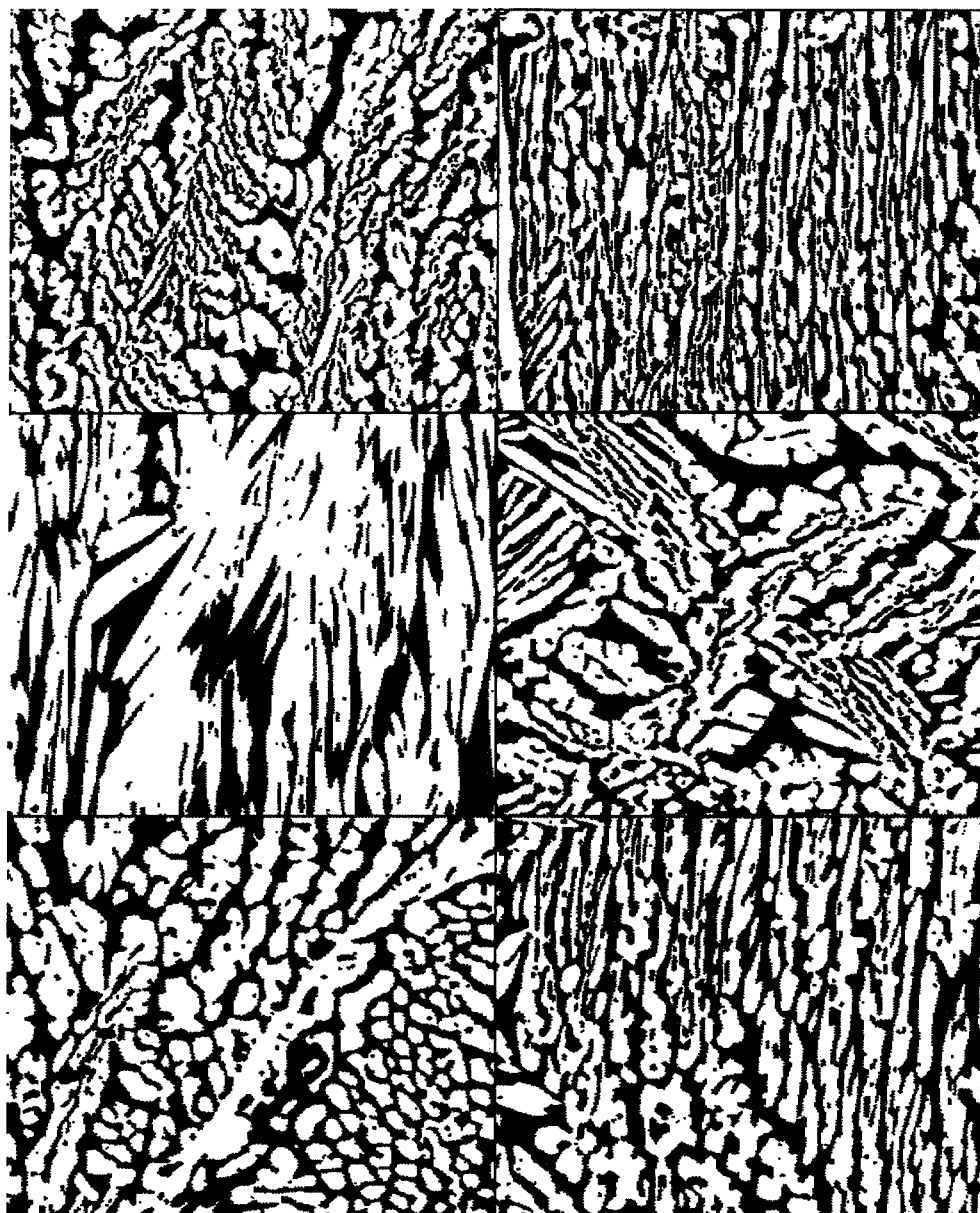


FIG. 2.2 – aspects microstructuraux variés d'échantillons de lingotins de coudes de même composition chimique (EK,DL,DM) ($\times 60$).

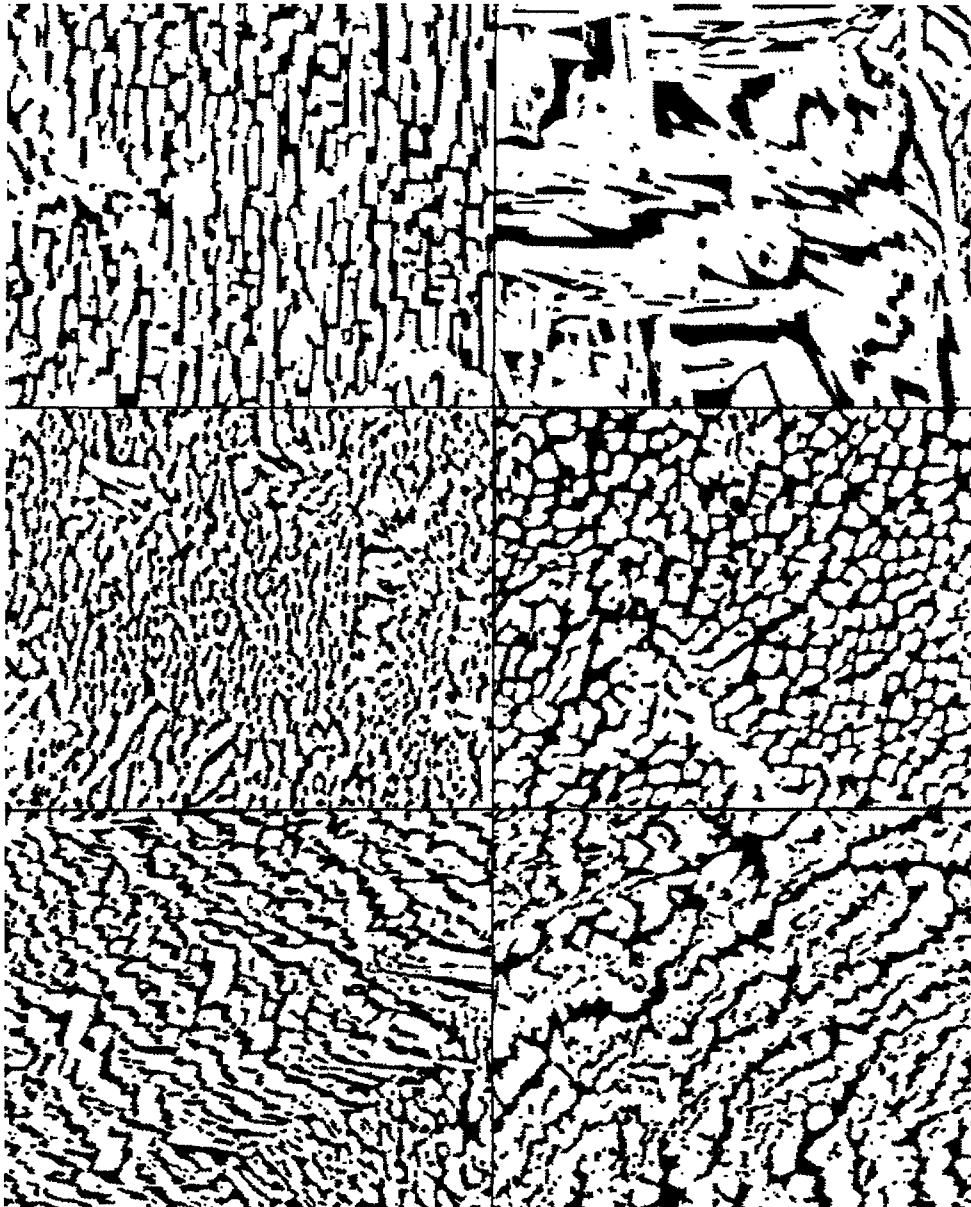


FIG. 2.3 – aspects microstructuraux variés d'échantillons de lingotins de coudes de compositions chimiques différentes (BP,BL,CB,BX,BT) ($\times 60$).

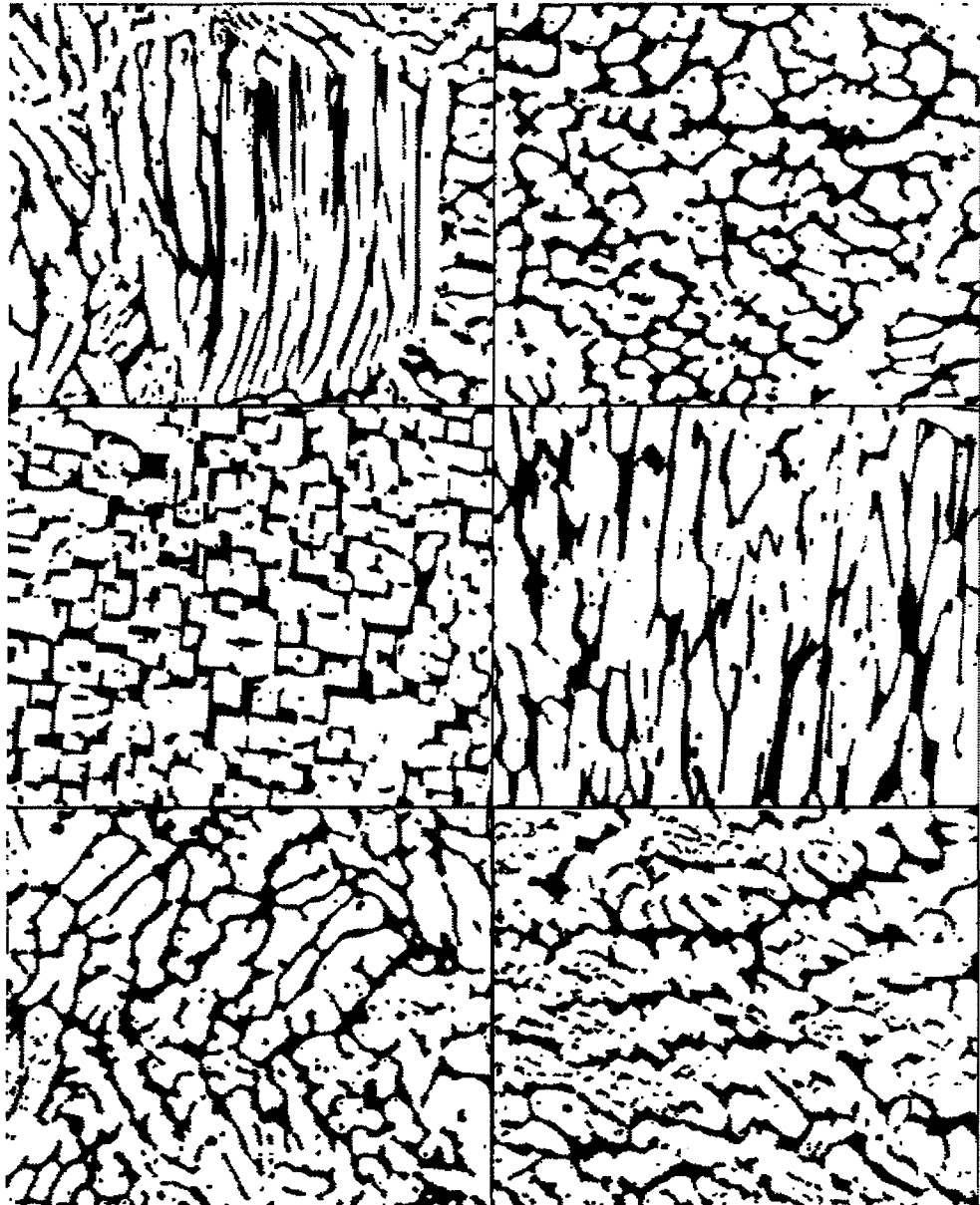


FIG. 2.4 – aspects microstructuraux variés d'échantillons de lingotins de coudes de composition chimique différentes et sans molybdène (CU,CX,CW) ($\times 60$).

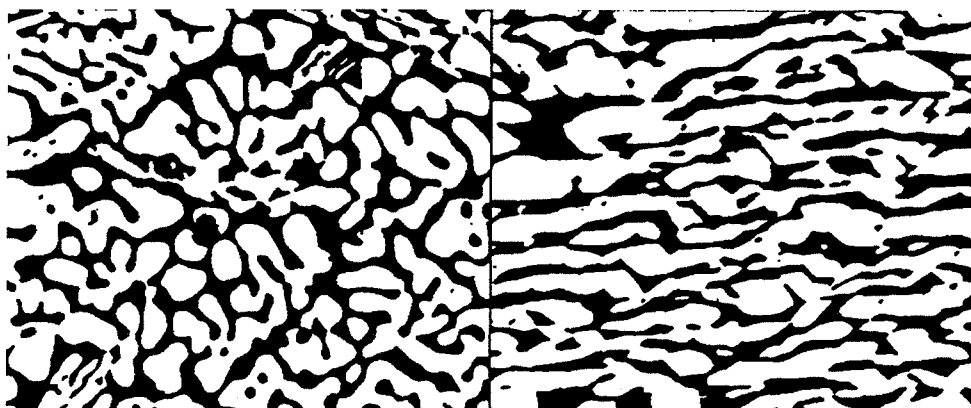


FIG. 2.5 – les îlots d'austénite semblent parfois s'éviter les uns les autres (micrographies d'échantillons de lingotins de coudes, $\times 120$).

nous aurons du mal à proposer un indice. C'est pourquoi nous chercherons d'une part à visualiser la morphologie 3D et d'autre part à la comprendre en s'intéressant à sa formation. La modélisation 3D pourra également permettre de compléter les observations 3D sur des simulations.

2 Comment appréhender la structure 3D?

2.1 En reconstituant une image 3D et en la visualisant

Il s'agit de construire une image 3D en superposant des images 2D obtenues à partir de coupes successives et très rapprochées d'un échantillon (fig. 2.6). Nous verrons d'abord que cette reconstitution est techniquement difficile : en effet les brins et îlots, que nous ne voulons pas déformer, sont très fins et sont justement de l'ordre de grandeur de la précision des technologies qui nous permettront de découper le matériau d'une part et de recalcr les images 2D en une image 3D d'autre part. Nous observerons ensuite l'image 3D reconstituée et retouchée pour une meilleure visualisation.

2.1.1 Réalisation des coupes sériées

La méthode expérimentale va être conditionnée par une exigence : nous voulons pouvoir observer et interpréter une image 3D représentative de la réalité : il ne faut pas la déformer. En cherchant à respecter la structure, des contraintes techniques fortes apparaîtront et un compromis expérimental sera trouvé.

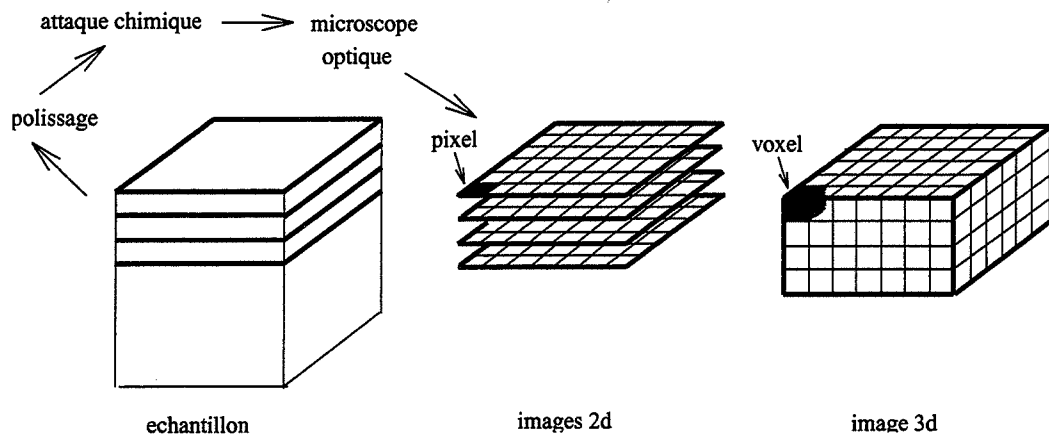


FIG. 2.6 – principe de la construction d'une image 3D à partir d'images 2D. Les coupes successives sont polies, attaquées, observées et digitalisées. Les images successives correspondantes sont réempilées en une image 3D. Un pixel (point de l'image 2D) devient voxel (équivalent 3D).

Nous allons déterminer comment réaliser ces coupes pour respecter la structure, mais signalons d'abord que la méthode d'acquisition d'image ne change pas.

Chaque coupe doit être préparée classiquement pour l'acquisition d'une image où les deux phases sont bien contrastées : l'échantillon est poli puis attaqué chimiquement (à la soude 10 N pendant 2 min sous 2,2V environ). Il est enfin observé au microscope optique. La caméra reliée au microscope permet d'obtenir une image digitalisée en niveaux de gris.

Traduisons notre exigence de respect des formes.

En particulier, les coupes doivent être régulièrement espacées : parallèles et d'espacement constant dans la troisième dimension, disons verticale. Cette épaisseur reste à préciser.

Cette exigence engendre aussi deux difficultés :

- la digitalisation verticale ne doit pas être trop grossière. Les dimensions d'un voxel doivent être faibles par rapport à la taille des brins et des îlots. Les plus fins sont de l'ordre du μm . On imagine déjà que cela est techniquement difficile sinon impossible de réaliser un tel espacement vertical régulier entre les coupes. Le grossissement correspondant, au microscope optique, ne pose évidemment aucun problème.

D'autre part, on aimerait obtenir une image 3D suffisamment grande pour qu'elle soit représentative, de l'ordre de grandeur de quelques colonies, le mm^3 . Cela représenterait mille coupes ! En restreignant nos

ambitions, si on se ramène à l'ordre de grandeur d'une colonie et que l'on espace un peu plus les coupes, on peut réduire l'ordre du nombre de coupes à la centaine.

- on doit pouvoir recaler précisément les images, à un pixel près : entre les acquisitions de deux images successives, l'échantillon ne doit pas subir de rotation ni de translation, ni dans le plan de l'image, ni dans un autre d'ailleurs. Sinon les images ne correspondraient plus aux tranches réelles de matériau, anciennement jointes. Le problème est de replacer l'échantillon au même endroit ou de se donner un repère fixe sur le matériau qui permette de retrouver le bon cadre de l'image. Les coupes doivent évidemment être aussi planes et parallèles que possible.

Insistons sur le fait que la rotation est quasi irrémédiable, alors qu'un décalage en translation est facile à corriger : il suffit de translater l'image décalée par rapport aux autres. Le plus difficile est de repérer et de quantifier ce décalage (voir 2.1.2).

Évoquons maintenant les solutions techniques sans détailler les diverses contraintes.

La nécessité de pouvoir recaler l'échantillon entre deux coupes successives sans aucune rotation (au 10^{ème} de μm près) et sans translation (à quelques μm près) nous a conduit à utiliser :

- un support de polissage particulier qui permet d'une part de régler l'épaisseur du métal à enlever au plus fin à $5\mu m$, à $1\mu m$ près, et d'autre part de maintenir l'échantillon vertical, ce qui assure une planéité et un parallélisme meilleurs.
- un support d'observation calé sur la platine du microscope et restant en place entre les polissages et attaques. Ce support dispose de vis micrométriques capables de corriger toute translation ou rotation dans le plan, détectée visuellement, au μm près.

Nous avons ainsi pu réaliser des coupes sériées d'une discrétisation à la limite de la précision des techniques expérimentales d'une part et à la limite de la représentativité d'autre part. Ce compromis a des conséquences visibles sur l'image 3D reconstituée.

L'erreur cumulée en translation est en effet assez forte : aucun repère précis n'a pu renforcer objectivement la précision en translation, et le recalage des images s'est fait en comparant visuellement les images successives deux par deux au moins. La présence de plusieurs colonies dans la section d'échantillon choisie rend plus difficile ce recalage et il est impossible de recaler ces

coupes au pixel près ; pire encore, l'erreur n'est pas toujours dans le même sens, les brins et îlots allongés en particulier risquent de "zigzaguer" (fig. 2.7).

Nous avons finalement effectué 64 images au grossissement $\times 50$, et pour une image : 1 pixel = $6\mu\text{m}$. Cela représente une épaisseur totale de 0,32mm d'acier.

Il nous reste à superposer les images 2D en corrigeant autant que possible les décalages. Sans doute la résolution, le recalage et les dimensions de l'image 3D sont à la limite des exigences, mais il est permis d'espérer qu'elle apportera des informations intéressantes.

2.1.2 Visualisation de l'image 3D

L'image 3D brute s'obtient par simple superposition des images 2D, rendues binaires par seuillage³ au préalable. Elle nécessite quelques retouches : les décalages entre les coupes successives sont importants : de 0 à $2\mu\text{m}$ sur les deux axes du plan. Les frontières sont très irrégulières, la structure apparaît parfois clairement déformée : certains îlots zigzaguent manifestement sous l'effet de notre recalage rudimentaire (cf. fig. 2.7).



FIG. 2.7 – coupe verticale de l'image 3D : les décalages locaux et globaux perturbent la structure.

Pour recalcr les images plus précisément, on cherche à s'approcher de l'image plus lisse qui correspond aux tranches réelles en trois étapes :

On recommence le travail de comparaison visuelle deux à deux des images (par superposition 2D). Puis on voudrait calculer automatiquement la frontière (3D) de la structure et chercher à la minimiser lorsque l'on translate les coupes 2D de -1, 0 ou 1 pixel (selon les deux axes horizontaux). Concrètement on minimise la surface pour toutes les sous-images 3D composées de 3 tranches, puis on réitère le procédé avec des morceaux de 5 tranches.

La frontière 3D est lissée, mais pas suffisamment pour une bonne visualisation, et pour que les zigzags locaux disparaissent. Nous n'avons aucun

3. le seuillage consiste ici à associer le niveau blanc aux niveaux de gris supérieurs à un seuil fixé par l'utilisateur et le noir aux niveaux de gris inférieurs.

moyen de vérifier si nous avons respecté la verticalité globale de l'échantillon.

Le recalage reste imparfait et la discrétisation reste grossière devant les dimensions de la structure. Comme la visualisation 3D demande une surface particulièrement lisse, on doit encore lisser ses contours 3D.

Le lissage final est fait en deux étapes : lissage par analyse d'image⁴ avec le logiciel Xlim3D puis lissage⁵ par le logiciel de visualisation Volvis 2.0. La figure 2.8 représente un morceau de cette image 3D reconstituée sous divers angles.

2.1.3 Observations

Conformément aux observations de J. Champredonde (cf. [Cha90] et figure 1.8), la ferrite et l'austénite sont totalement interconnectées. La teneur importante en ferrite (de l'ordre de 30%) ne nous permet pas de visualiser très précisément l'agencement de la ferrite et de l'austénite. D'autre part l'image 3D est assez hétérogène, elle a été réalisée au carrefour de deux grains de ferrite et de plusieurs colonies d'austénite (voir partie suivante 2.2.1.2 et 2.2.3.3), ce qui ne permet pas de visualiser une plus grande zone homogène en 3D.

2.1.4 En résumé

Cette reconstruction 3D a demandé beaucoup de patience puisque il a fallu plusieurs essais avec différentes technologies. Les difficultés techniques se sont présentées à toutes les étapes d'acquisition et de reconstruction d'image, et malgré tout, l'image finale confirme la structure en éponge de cet acier austéno-ferritique et la forme des îlots et brins de ferrite en "filaments" plutôt qu'en "plaquettes". Cela nous permet d'améliorer notre compréhension de la structure 3D à partir des coupes 2D et de compléter les quelques observations 3D obtenues par J. Champredonde. De plus nous pourrions utiliser cette image pour quelques mesures (voir 2.2.3.3 et chapitre 3, 1.3.2). L'hétérogénéité d'une part et la faible épaisseur d'autre part de l'image 3D ne nous permettront pas en revanche d'effectuer des mesures morphologiques significatives qui pourraient nous suggérer de nouvelles variables morphologiques intéressantes.

4. par une ouverture morphologique, -opérateur que nous décrirons au chapitre suivant-, par un cuboctaèdre de rayon 2 pixels. Un cuboctaèdre est l'approximation d'une boule 3D discrétisée en un polyèdre à 14 sommets.

5. le calcul de l'éclairement des surfaces passe par l'approximation de la normale locale à la surface représentée, et c'est cette surface qui est localement lissée dans un diamètre de 2 pixels.

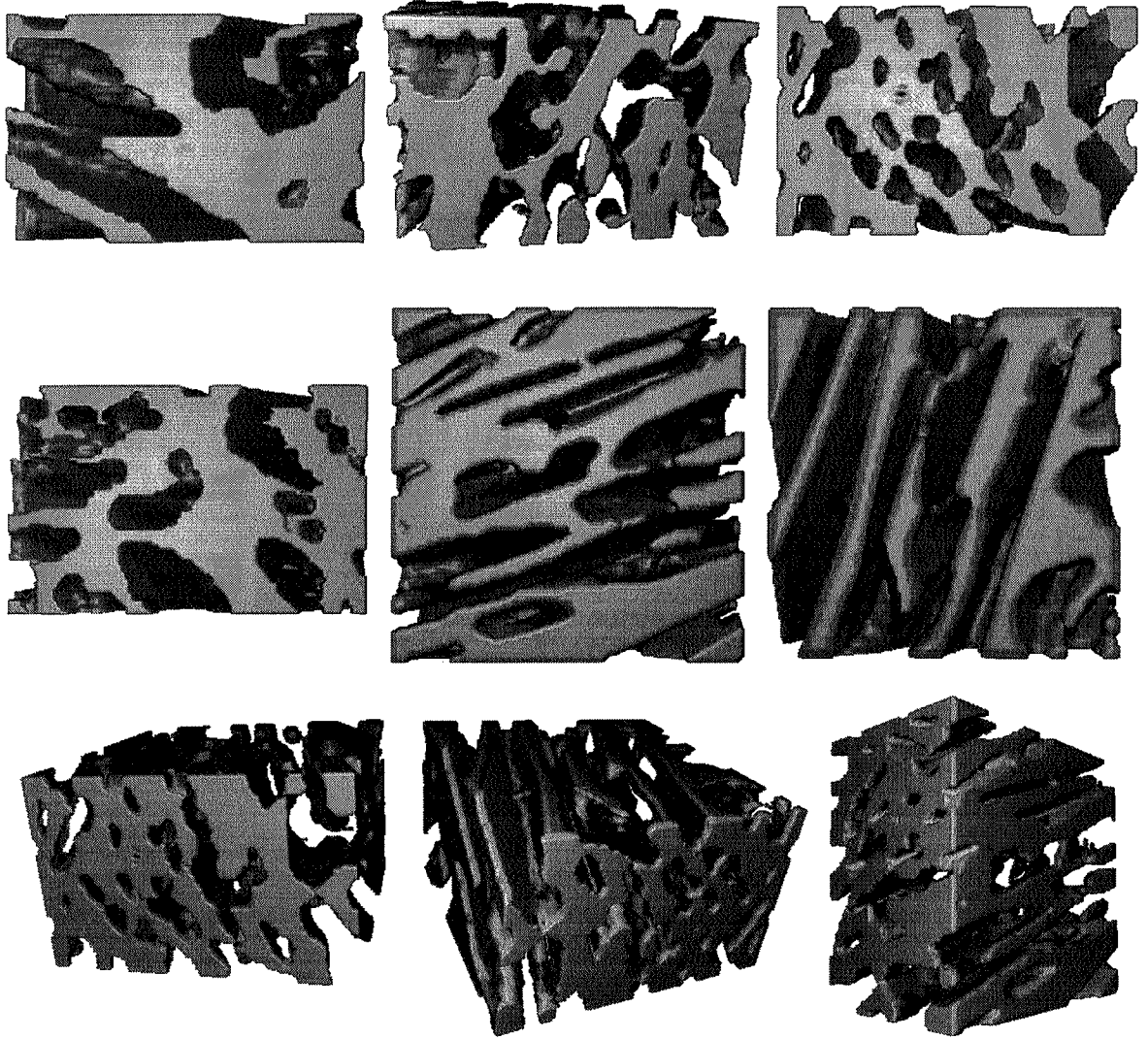


FIG. 2.8 – La ferrite est représentée en gris clair, l'austénite est virtuellement dissoute.

2.2 En étudiant sa genèse

Il s'agit maintenant de compléter les observations morphologiques et de comprendre la microstructure comme résultat des conditions de fabrication, à la lumière de la théorie de la solidification.

La question essentielle porte sur la formation des îlots d'austénite et leur agencement en 3D. En termes plus techniques, on cherche en particulier à savoir si les sous-grains d'austénite sont les îlots ou les colonies d'îlots. Nous répondrons plus loin à cette question.

2.2.1 Description théorique de la solidification

Les outils théoriques permettant de retrouver le schéma de solidification du matériau sont d'une part les diagrammes de phase et d'autre part les mécanismes théoriques de transformations de phase.

Il faut, pour les utiliser, connaître les conditions de fabrication du matériau : composition chimique, conditions locales et globales de refroidissement.

Nous commençons par rappeler les conditions de fabrication de ces aciers composant les coudes pour présenter ensuite un diagramme des phases correspondant puis y lire le scénario global théorique de la solidification.

2.2.1.1 Schéma global de solidification *La lecture des diagrammes de phase correspondant aux conditions de fabrication de l'acier austéno-ferritique permet en effet de prévoir tout au long du refroidissement sa constitution : les phases en présence et leur état (ici mélange liquide et/ou α solide et/ou γ solide).*

C'est la composition chimique qui détermine le choix du diagramme de phase.

Il suffit alors de connaître la proportion exacte des composants d'une part et la température de solidification finale du matériau : on peut alors lire sur le diagramme l'historique de la constitution tout au long de la solidification.

Composition chimique : C'est le rapport entre les éléments α -gènes (Cr principalement et Mo, Si, Ti, Nb) et les éléments γ -gènes (Ni principalement et Mn, C, N, Cu) qui nous permet de déterminer le diagramme des phases adéquat.

C'est ici le diagramme ternaire Fe-Cr-Ni qui permet de prédire la proportion d'austénite et de ferrite. On utilise en pratique les coupes du diagramme ternaire.

Température du traitement d'homogénéisation C'est le traitement thermique final, un maintien de 5 heures à 1100°C suivi d'une hyper-trempe à l'eau, qui fixe la la proportion d'austénite et de ferrite du matériau à l'état d'équilibre à 1100°C.

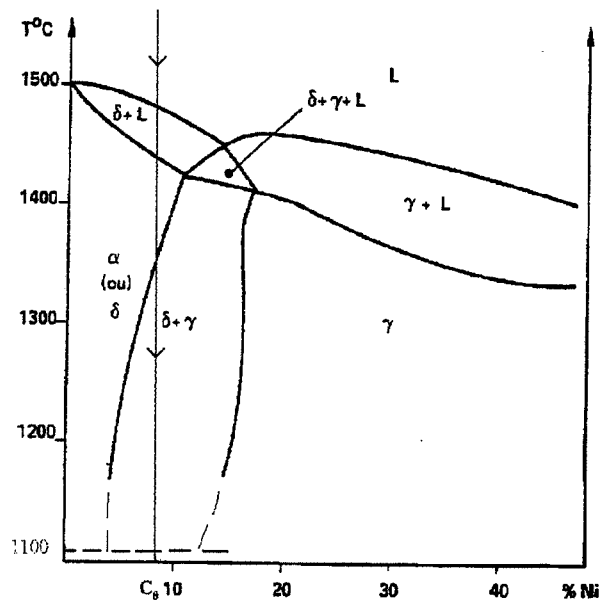


FIG. 2.9 – coupe pseudo-binaire du diagramme ternaire Fe-Ni-Cr pour des alliages à 20% de Cr. (C_0 correspond aux aciers comportant 9% de Ni et 71% de Fe) (extrait de [Cha90]). Le diagramme se lit à composition constante, en descendant en température (flèche).

La solidification se fait entièrement en ferrite puis l'austénite apparaît dans la ferrite à l'état solide. A 1100°C, les deux phases cohabitent. On peut alors lire leur proportion finale sur le diagramme (cf. figure 2.9).

Commentaires En résumé, en suivant la théorie, c'est à dire en lisant scrupuleusement ces diagrammes pour la composition supposée homogène et constante du liquide : on prédit la solidification totale en ferrite, puis l'apparition de l'austénite à l'état solide dans la ferrite. On lit la proportion des deux phases du matériau final.

Nous ne voulons pas conclure à ce scénario trop vite, même s'il est probable. Ce n'est en effet pas tout à fait aussi simple, les conditions théoriques ne sont pas toujours respectées⁶. De plus nous utilisons un diagramme ter-

6. Dans ce cas comme dans de nombreux autres :

– la composition n'est pas localement strictement homogène dans le liquide (au ha-

naire, alors que d'autres éléments d'alliage interviennent dans la composition de l'acier industriel. *C'est pourquoi nous chercherons comment et où l'austénite apparaît dans la ferrite dans les mécanismes de transformation de phase (paragraphe suivant) et par l'expérience (cf. 2.2.2).*

2.2.1.2 Schéma local de solidification Le diagramme des phases nous sert ici de base pour construire un scénario cohérent avec les mécanismes de transformations de phase connus et nos observations de la structure.

Nous allons d'abord rappeler comment s'est formée la ferrite puisque l'observation de la macrostructure (chap. 1, 2.1.2) nous a permis de reconnaître un mode de solidification presque classique.

Nous soulignerons au passage les facteurs qui gouvernent les mécanismes de transformations de phase et les liens entre la morphologie et ces facteurs.

Nous essaierons ensuite de comprendre la formation de l'austénite.

Formation de la ferrite Nous avons déjà (chap. 1, 2.1.2, et fig. 1.4) précisé que la macrostructure, qui correspond aux grains de ferrite est presque classique : pas de grains fins près des parois, mais des grains équiaxes au centre et colonnaires entre le centre et la paroi. Une telle macrostructure résulte de la solidification de l'alliage par germination puis croissance mixte, cellulaire et dendritique.

Rappelons les acteurs importants de ces mécanismes sans les décrire : ce sont les gradients de température et de composition chimique qui gouvernent les transformations de phase. Ces conditions locales dépendent non seulement des températures et composition chimique globales mais aussi de la géométrie du matériau et des conditions locales de refroidissement qui influencent les variations locales de la température et de la composition chimique.

Très schématiquement, lorsque ce sont les gradients de composition chimiques qui interviennent, c'est la croissance qui l'emporte et les grains sont allongés, on les appelle des dendrites. Ce sont les grains colonnaires que nous observons sur le coude entre la peau et la zone centrale.

Lorsque les gradients thermiques contrôlent la réaction, c'est la germination qui l'emporte. Plus précisément, il est établi que de la vitesse (norme

sard des déplacements des atomes dans le liquide, il y des faibles variations de la concentration, non négligeables dans le processus de solidification).

- la température n'est pas constante, elle varie selon les zones, ainsi que son gradient.
- la solidification d'un mélange biphasé, plus généralement, fait intervenir des phénomènes de surfusion qui accentuent les disparités de concentrations et de gradients.

et direction) de refroidissement dépend la répartition des germes solides (densité et anisotropie). Et plus la vitesse est forte, plus ces germes sont rapprochés, donc plus la morphologie finale est fine. L'anisotropie du refroidissement conduit à une hétérogénéité, de taille mais aussi d'orientation et de composition chimique.

Les grains équiaxes les plus fins se trouvent dans la zone qui a solidifié sous refroidisseurs, les plus gros dans la zone sous masselottes.

Ajoutons ici que les lingotins coulés et trempés en même temps que le coude solidifient de la même manière : grains colonnaires et grains équiaxes au centre. Ces grains sont plus fins que ceux du coude puisque les lingotins sont plus petits donc leur vitesse de refroidissement plus rapide.

Rappelons que nous quantifierons la morphologie des grains équiaxes uniquement, et à l'échelle de la colonie. Quatre zones se différencient par la taille moyenne de leur grains équiaxes : zone sous masselotte (gros grains), sous refroidisseur (grains assez fins), zone courante (grains moyens) et lingotin (grains fins).

Nous comprenons maintenant mieux cette distinction par zones et nous gardons en mémoire le lien qualitatif entre vitesse de refroidissement et finesse de la morphologie, car il interviendra aussi pour la finesse de l'austénite. Nous serons de plus amenés quantifier par la suite ce lien entre la taille et la vitesse de solidification sur un acier très proche de ceux des coudes (chap. 4).

Cherchons maintenant à comprendre les mécanismes de transformation de la ferrite en austénite.

Formation de l'austénite Puisqu'on ne connaît pas précisément le mécanisme de transformation solide-solide pour des microstructures semblables [Dri92], dites de Widmanstätten dans la littérature [Tho91], on cherchera d'abord à comprendre certaines caractéristiques morphologiques de la structure à partir des mécanismes de changement de phase. Puis on fera une expérience de solidification pour en savoir plus sur la formation de l'austénite dans la ferrite.

Tout d'abord, on explique très classiquement la présence de liserés austénitiques aux anciens joints de grains ferritiques : ces joints sont localement les derniers solidifiés donc les plus riches en éléments γ -gènes rejetés dans le soluté.

La plus grande finesse de la morphologie de l'austénite dans les zones à grande vitesse de solidification s'explique comme pour la ferrite [Coz].

On pourrait enfin interpréter l'effet de répulsion remarqué en 1.2. La diffusion des éléments γ -gènes et α -gènes, qui "nourrissent" respectivement γ ou α , contrôle la répartition des deux phases. Tout se passe comme si

l'austénite se forme en attirant les éléments γ -gènes vers elle et en repoussant à l'extérieur les α -gènes. Les îlots se tiennent "à distance respectable" parce que dans cette zone, ils n'ont pas de quoi alimenter leur croissance, et de même pour les brins ferritiques.

Notons cependant que la répartition des germinations et des croissances, et surtout la variabilité des formes de l'austénite restent quand même assez difficiles à appréhender et à expliquer physiquement.

La connexité des deux phases est peut être liée à ce phénomène de répulsion.

La convexité relative des îlots d'austénite est sans doute liée au fait que c'est la phase qui croît dans l'autre phase. Un front de croissance est naturellement convexe.

Finalement nous pouvons imaginer que la croissance s'est faite soit de manière plus ou moins dendritique, soit par germination uniforme et croissance anisotrope puis connexions de grains différents. Pour aller plus loin, encore une fois, nous nous appuyerons sur les expériences que nous décrivons au paragraphe suivant.

Deux expériences ont été effectuées pour répondre aux deux questions suivantes : la transformation se fait-elle à l'état solide et une colonie d'austénite est-elle un grain d'austénite de forme peu classique, ou un ensemble de grains qui auraient germé séparément puis se seraient connectés lors de leurs croissances?

2.2.2 Expérience de solidification visant à compléter la description théorique

Pour déterminer si l'austénite apparaît dans la ferrite à l'état solide, on cherche à remonter dans le temps dans le déroulement de la solidification. Pour cela, par un traitement thermique, on remonte en température : puisque la température d'hypertrempe fixe la structure à l'équilibre à cette température, pour savoir comment était le matériau à une température plus haute que notre température d'hypertrempe à 1100°C, on réchauffe le matériau à des températures supérieures (et inférieures à la température de fusion théorique) et on le trempe.

Nous avons ainsi pu observer les étapes intermédiaires de la formation de l'austénite dans la ferrite, à supposer que cette transformation s'effectue dans des conditions qui permettent de respecter à peu près la réversibilité de l'équilibre entre les deux phases.

Nous avons fait cette expérience dans un four aux températures 1150°C, 1200°C, 1300°C, 1335°C, et 1350°C. Nous avons ainsi appris :

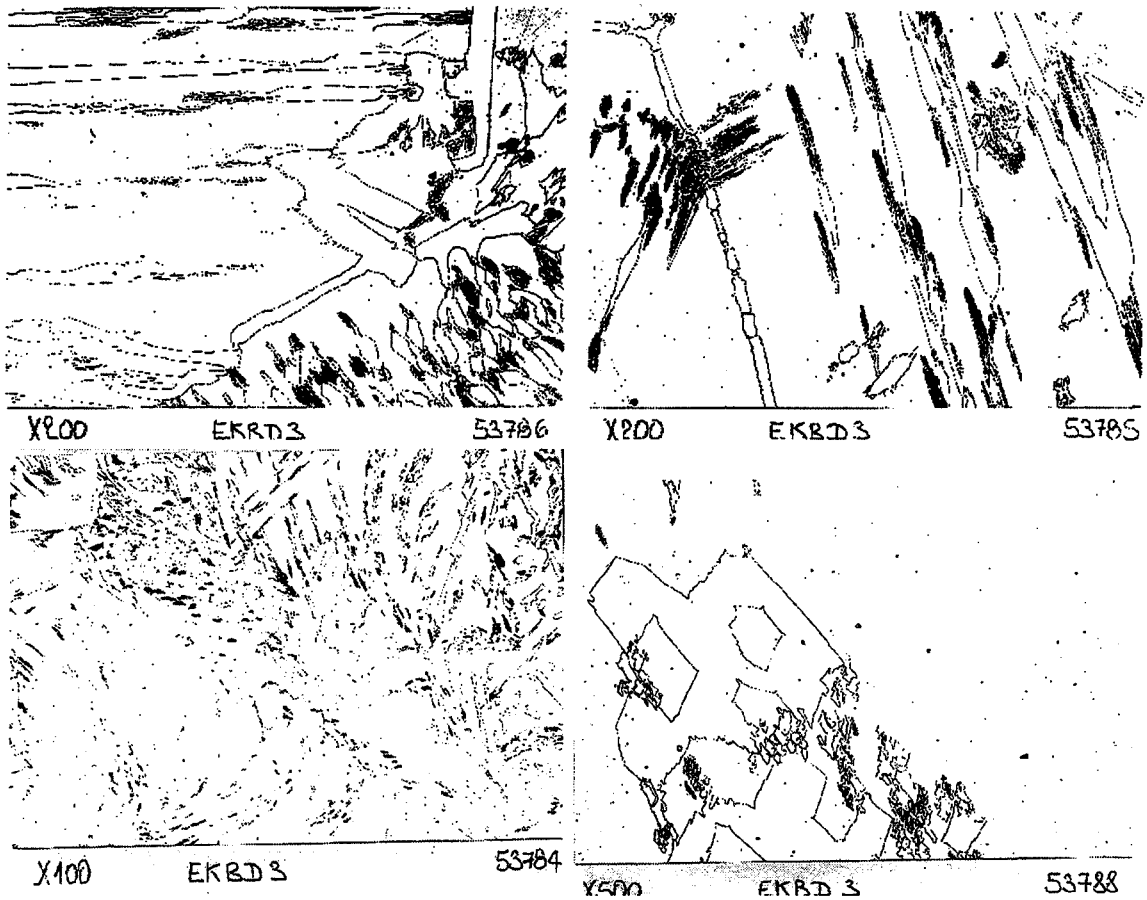


FIG. 2.10 – Examens micrographiques de lingotin de coude après réhyper-trempe EFC 15 minutes à 1320° C

- que la solidification se passe tout d'abord sans grande surprise par rapport à la prévision théorique qui peut en être faite à partir du diagramme de phase correspondant à la composition chimique de l'acier. La solidification se fait par germination-croissance de grains ferritiques, la température à laquelle l'acier est entièrement solide, température de fusion, étant inférieure à la température théorique obtenue sur le diagramme de phases, ce qui s'explique d'une part parce que les aciers comportent en moindre proportion d'autres éléments chimiques (Mo, Si, Mn, C) et d'autre part classiquement par les phénomènes de surfusions dans les mécanismes de germination et de croissance. On a en effet observé à 1350° C la fusion des joints de grains ferritiques puis leur recristallisation.
- que la phase austénitique apparaît dans la ferrite à une température

inférieure à la température de fusion du matériau : cette transformation se fait donc à l'état solide. L'absence d'austénite après le traitement d'hypertrempe à 1350°C établit que la formation de l'austénite est une transformation qui s'effectue en phase solide. Nos doutes n'étaient donc pas fondés.

- que l'austénite semble apparaître non pas sous la forme de germes qui grossiraient progressivement pour donner ces formes qui se connectent que nous ne savons pas bien décrire, mais sous la forme de paquets de petits germes, ou sous-îlots d'un ordre de grandeur inférieur, qui coalescent brusquement pour donner les îlots d'austénite que nous connaissons (il n'apparaît pas de formes intermédiaires entre celles ci et les amas de germes) (fig. 2.10).
- que ces formes n'apparaissent pas isolées mais proches de formes élémentaires d'austénite déjà plus ou moins coalescées. Ceci permet d'émettre l'hypothèse que la solidification suit un schéma de croissance dendritique (fig. 2.11) : à partir d'un joint de grains ferritiques, il y aurait germination hétérogène puis croissance de l'austénite dans une direction globale déterminée par l'orientation (cristallographique) du joint de grains et celle du grain ferritique.

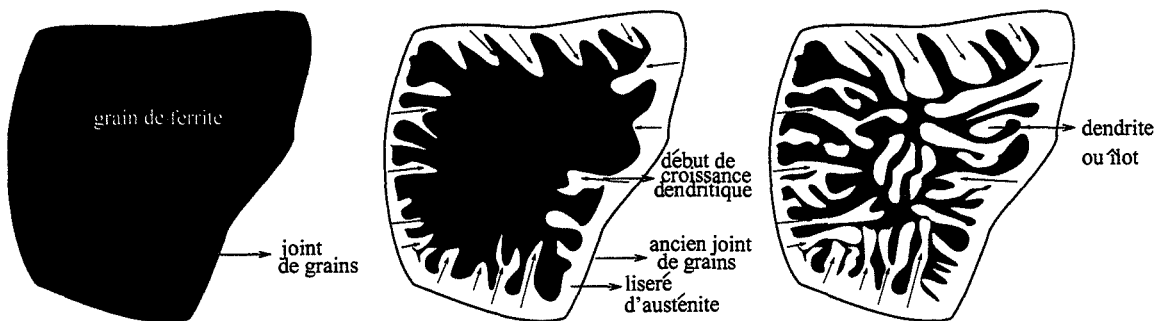


FIG. 2.11 – croissance schématique de dendrites d'austénite à partir des anciens joints d'un grain de ferrite

On peut expliquer que les formes (colonies) et sous-formes (îlots) d'austénite ne sont pas forcément connectées en 2D (fig. 2.10) : soit elles sont connectées en 3D et cela n'est pas visible dans le plan de coupe, soit la croissance se fait avec présence de germes en avant de l'interface de changement de phase.

Dans cette hypothèse, on peut désormais appeler (sous-)grain d'austénite une colonie, c'est à dire un paquet d'îlots d'austénite connectés et globalement (morphologiquement) orientés dans le même sens.

Ainsi si cette hypothèse est juste, l'orientation cristallographique d'une colonie serait identique pour tous les îlots qui la constituent (c'est la condition qui définit un grain). Nous allons mesurer l'orientation cristallographique de l'austénite dans la deuxième expérience qui suit.

2.2.3 Détermination de la microtexture de l'alliage biphasé

On peut espérer non seulement que l'orientation cristallographique est semblable pour tous les îlots d'une colonie, mais aussi qu'elle est *liée à l'orientation morphologique*: le sens d'allongement maximum en 3D des formes élémentaires serait alors l'axe de croissance dendritique, donc pour la maille cristallographique c.f.c., l'axe de croissance le plus rapide pour la maille c.f.c., c'est à dire selon l'axe d'indices de Miller (111), en l'absence de contraintes mécaniques.

2.2.3.1 Rappels La microtexture [Mau93] est l'analyse des orientations cristallographiques en relation avec la microstructure.

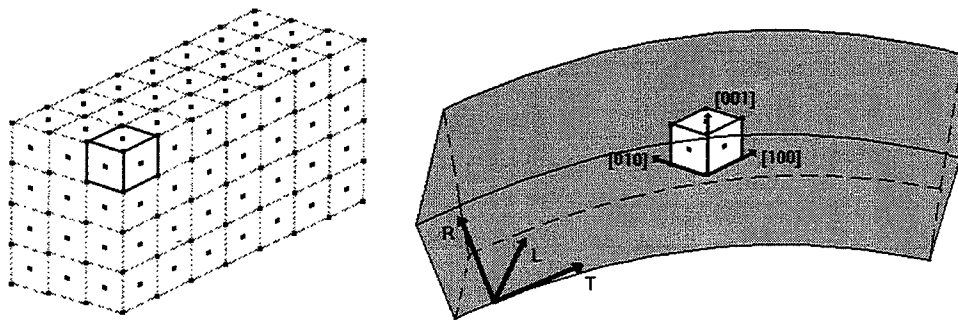


FIG. 2.12 – Réseau cristallin c.f.c Repères fixe et cristallographique dans le coude

Notions sur l'orientation cristallographique Dans les matériaux cristallins, on trouve des domaines (domaines de phase, grains, sous-grains...) caractérisés par un arrangement périodique des atomes: le réseau cristallin. On peut alors parler de plans atomiques ou réticulaires. En définissant un repère cristallographique, par exemple les arêtes de la maille cristalline ((100), (010), (001) selon les indices de Miller pour les métaux à structure cubique), on appelle orientation cristallographique la rotation qui permet de passer de ce repère à un repère fixe de la pièce métallique (par exemple Radial, Tangentiel, Longitudinal) pour un échantillon de coude (fig. 2.12).

Relations d'orientation cristallographique des phases de l'alliage biphasé La solidification détermine l'orientation cristallographique de la phase ferritique. La ferrite solidifie classiquement, donc les grains colonnaires (voir chap. 1 1.4) sont orientés avec un axe $\langle 100 \rangle$ dans le sens du gradient de température, c'est à dire dans le sens radial du coude. Les grains équiaxes n'ont pas d'orientation cristallographique préférentielle par rapport à la forme du coude; leur orientation est donc aléatoire (uniforme en terme probabiliste). L'austénite germe dans la ferrite solide et croît selon un de ses axes $\langle 111 \rangle$, si les contraintes mécaniques dues à la différence de densité entre les deux phases n'ont pas d'effet. Quelques réarrangements de l'orientation se font ensuite selon les contraintes locales particulières.

La relation d'orientation entre l'austénite et la ferrite a été étudiée par B. Verhaeghe [Ver95] qui rapporte que deux relations d'orientation (très proches) sont possibles entre austénite et ferrite : de Kurdjumov-Sachs (K-S) et de Nishiyama-Wassermann (N-W). Pour chacune de ces deux relations, 6 configurations sont possibles (24 configurations quatre par quatre semblables à une rotation de 90° , 180° , et 270° près). Aux exceptions près, nous ne pourrions mesurer que 6 configurations différentes dans le même grain de ferrite.

Si cela se passe de la même manière dans toutes les pièces concernées (a priori toutes les configurations K-S et/ou N-W de γ dans α se produisent avec la même probabilité), l'orientation cristallographique n'est pas susceptible d'être à l'origine des différences de comportement mécanique macroscopique du matériau. Si comme nous le soupçonnons, l'orientation morphologique correspond à l'orientation cristallographique, elle ne sera plus une variable morphologique pertinente. Les observations antérieures à cette étude des orientations morphologiques des sous-grains ont poussé jusqu'ici à admettre que la disposition relative des orientations des sous-grains n'est pas à l'origine de la variabilité du comportement mécanique macroscopique (si les éprouvettes utilisées pour mesurer les grandeurs mécaniques sont suffisamment grandes par rapport à la taille des grains), et nous en ferons de même.

2.2.3.2 Technique de mesure de la microtexture La microscopie électronique en général (transmission M.E.T. et/ou balayage M.E.B.) est l'outil idéal pour étudier la microtexture, compte tenu de ses capacités combinées d'imagerie et de diffraction. Les techniques de détermination des orientations cristallographiques reposent en effet toutes sur les propriétés de diffraction des rayonnements (X, neutrons, électrons...) par le réseau cristallin.

Nous avons utilisé l'E.B.S.D. (Electron Back Scattered Diffusion), c'est un M.E.B. un peu particulier : son avantage est pour nous sa résolution spatiale de $1 \mu m$ pour une précision angulaire de 1° . Ceci est indispensable pour

nous étant donné que l'ordre de grandeur des brins ferritiques les plus fins est le micron. La résolution sur un M.E.B. classique est de $10\ \mu\text{m}$. La technique M.E.T. est plus précise ($10\ \text{nm}$, $0,2^\circ$), mais sa mise en oeuvre est techniquement lourde.

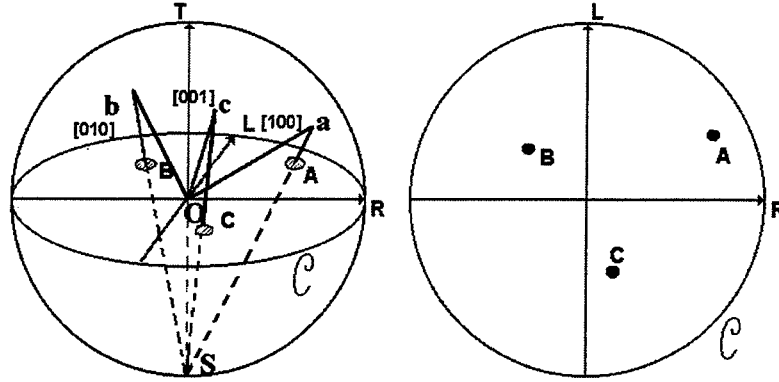


FIG. 2.13 – figure de pôle $\{100\}$ pour l'orientation cristallographique représentée en figure 2.12. Une figure de pôle représente la mesure, en un ou plusieurs points du réseau cristallin, de la position d'un groupe d'axes $\{hkl\}$, par rapport au repère fixe. Ici on construit la figure de pôle d'un point du réseau représenté en figure 2.12, pour les axes $\{100\}$ par rapport au repère RTL : toutes les directions $\{100\}$ du cube cf. c sont représentées par les trois droites $[100]$, $[001]$ et $[010]$ (on impose qu'elles passent par le centre O d'une sphère), puis on calcule leurs intersections (points a, b, c) avec la demi-sphère supérieure, à partir desquelles on trace trois droites passant par le pôle sud (point S) de la sphère. Les points A, B, C sont alors les intersections de ces droites Sa, Sb, Sc avec le plan équatorial de la sphère. La figure de pôle n'est autre que ce plan équatorial.

Pour le but qualitatif que nous nous sommes fixés, c'est-à-dire de confirmer l'hypothèse de sous-grains austénitiques dans les grains ferritiques d'orientation morphologique liée à l'orientation cristallographique, nous allons visualiser les résultats sous la forme d'une figure de pôle (fig. 2.13). L'E.B.S.D. est relié à un ordinateur qui dispose des outils logiciels nécessaires pour fournir automatiquement les figures de pôles.

Remarque: il faut noter que l'E.B.S.D. ne permet pas de distinguer les orientations semblables modulo 90° (une rotation d'un multiple de 90° autour d'au moins un axe (hkl) près dans le cas des mailles c.c. et c.f.c. : (100) , (010) et (001) par exemple). Donc pour une dendrite d'austénite, son axe de croissance préférentiel étant $\langle \bar{1}11 \rangle$, les axes transversaux sont $\langle 1\bar{1}1 \rangle$ et $\langle 11\bar{1} \rangle$ également : que l'on visualise sur la coupe une forme très allongée (dendrite coupée en longueur) ou une forme très ronde (rondelle de dendrite), la figure de pôle doit être semblable.

2.2.3.3 Résultats obtenus Nous avons réalisé plusieurs séries de mesures de l'orientation de l'austénite et de la ferrite. Nous avons conclu des premières que *l'orientation cristallographique de l'austénite est généralement liée à l'orientation morphologique apparente en 2D, mais nous gardons en mémoire que les exceptions sont assez nombreuses.*

Dans certains cas en effet, les contraintes mécaniques (sur des brins ou îlots fins) ont modifié l'orientation cristallographique. Dans d'autres, l'orientation cristallographique différente pour deux îlots de coupe 2D d'orientation morphologique semblable manifeste sans doute une orientation morphologique différente. Ajoutons que l'image sur laquelle on choisit les points, dont on veut mesurer l'orientation, ne présente pas toujours un contraste bien net et de plus est souvent décalée en translation verticale et horizontale de quelques microns ; il arrive (rarement) qu'on ne mesure pas ce que l'on croit mesurer.

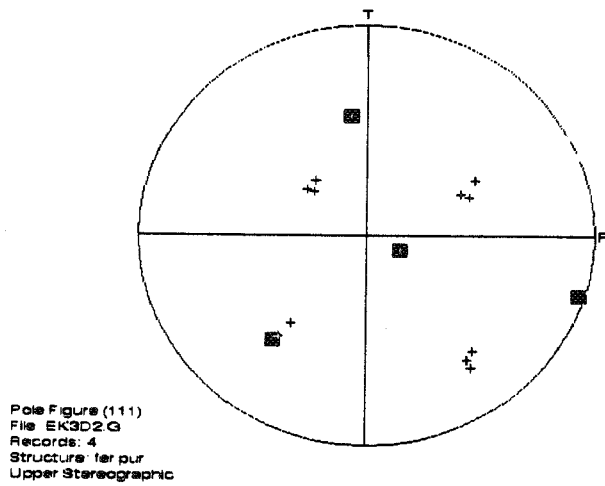
Pour conforter ensuite et même quantifier le lien entre orientation morphologique et cristallographique de l'austénite, nous avons ensuite réalisé deux autres séries de mesures que nous présentons maintenant. Ces mesures ont été réalisées sur l'échantillon de coude qui a servi à construire l'image 3D dans l'espoir de comparer les orientations cristallographique et morphologique 3D.

Relation entre l'orientation cristallographique de la ferrite et celle de l'austénite Très curieux de savoir si la direction d'allongement des "dendrites" d'austénite est toujours la même, nous avons mesuré l'orientation en de nombreux points de l'austénite sur la dernière coupe de la série ayant servi à reconstruire l'image 3D (mais en dehors de la zone qui a été digitalisée).

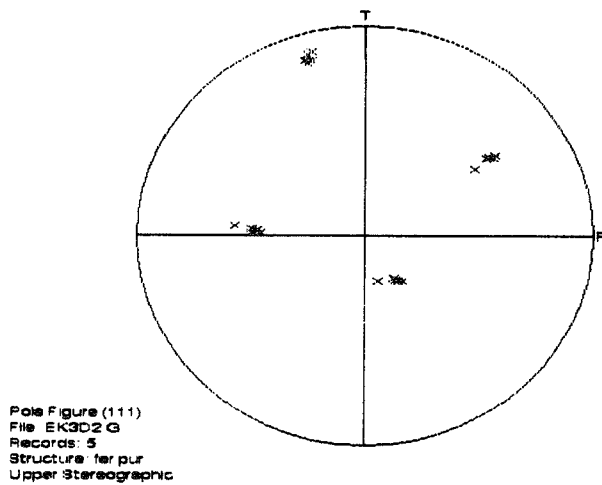
Les pointés sur les îlots austénitiques allongés (en 2D) donnent tous une orientation proche de $\langle 111 \rangle$ pour la direction d'allongement. (figures 2.14, 2.15)

Ce résultat est cohérent avec les autres mesures que nous avons pu faire précédemment. Les îlots allongés en 2D ont une orientation assez proche de $\langle 111 \rangle$, selon que l'axe d'allongement réel 3D est plus ou moins désorienté de notre plan de coupe. Pour en savoir plus sur ce point, l'autre série de mesures a été prise dans la zone digitalisée constituant le dernier plan de l'image 3D.

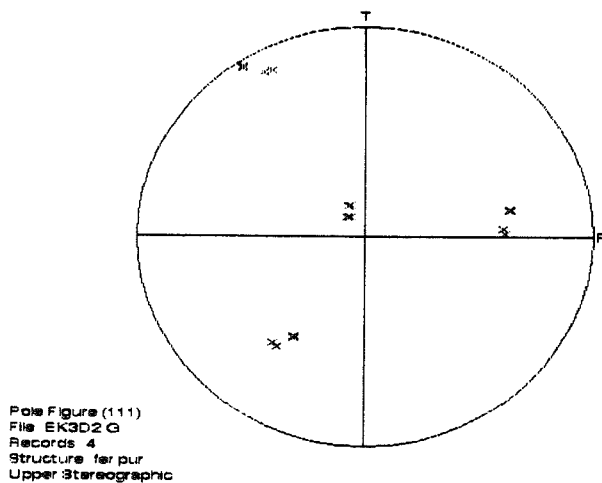
Nous ne concluerons pas trop hâtivement ni généralement que l'axe de croissance des "dendrites" austénitiques est toujours $\langle 111 \rangle$, car les mesures d'orientation de B. Verhaeghe [Ver95] sur une plaque coulée dans des conditions de fabrication équivalentes a priori donnent plutôt une direction



points 2(■) et 3,4,5(+) →



points 6,7,8,9,10,11 →



points 12,13,14,15 →



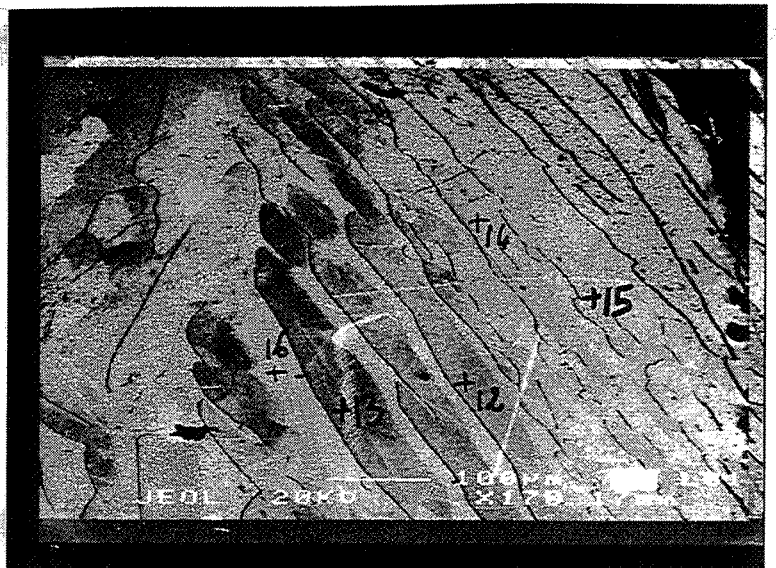
ECOLE DES MINES DE ST-ETIENNE MICROSCOPIE ELECTRONIQUE

11393



ECOLE DES MINES DE ST-ETIENNE MICROSCOPIE ELECTRONIQUE

11399



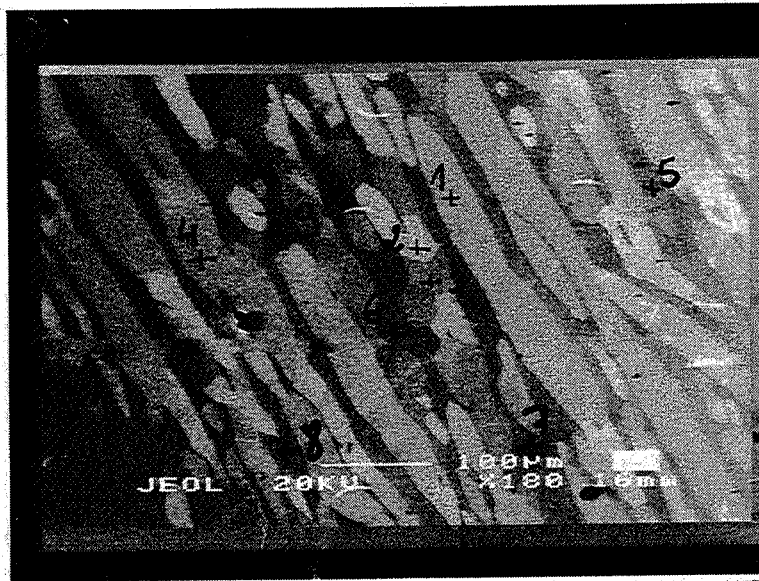
ECOLE DES MINES DE ST-ETIENNE MICROSCOPIE ELECTRONIQUE

11390

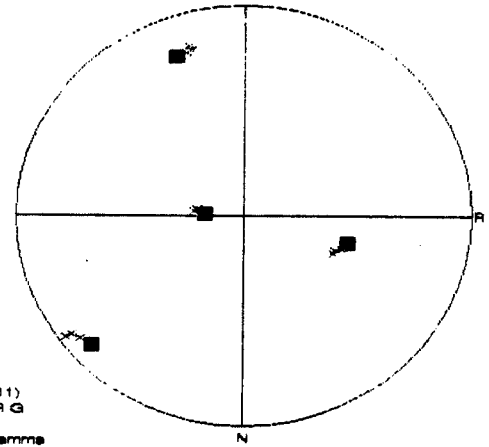
FIG. 2.14 - micrographies à l'E.B.S.D. et figure de pôles $\langle 111 \rangle$ correspondantes

2. Comment appréhender la structure 3D?

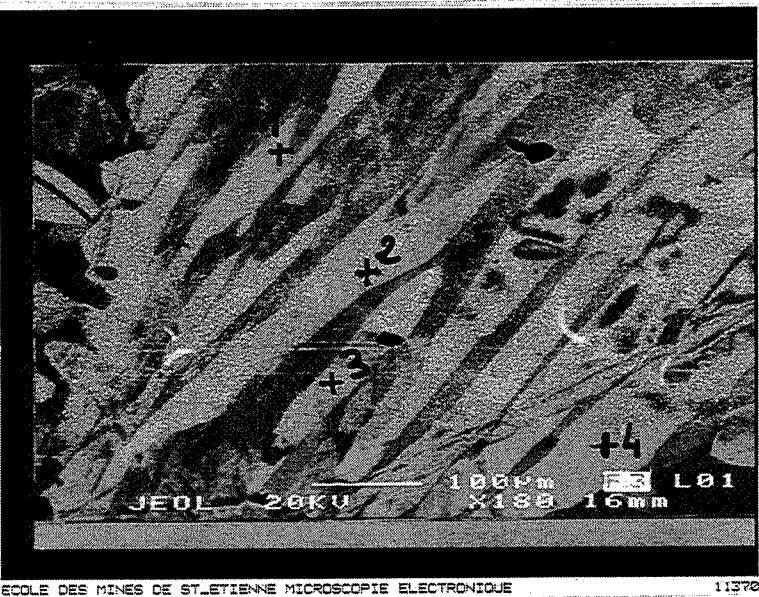
43



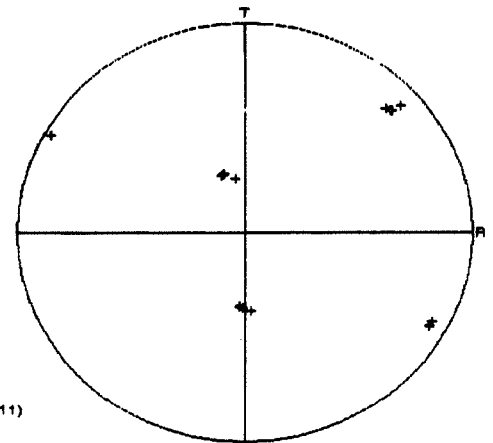
Pole Figure (111)
File: LAURECA.G
Records: 5
Structure: fegamma
Upper Stereographic



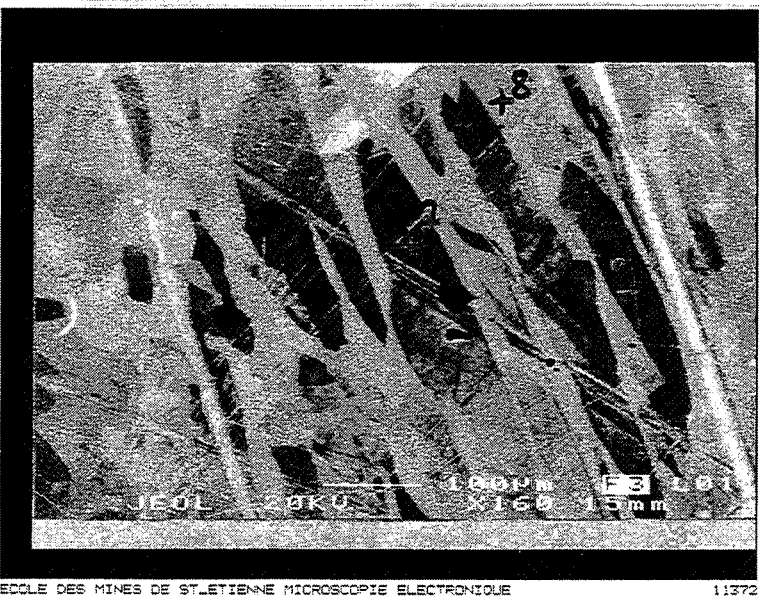
← points 1,2,3,4,5



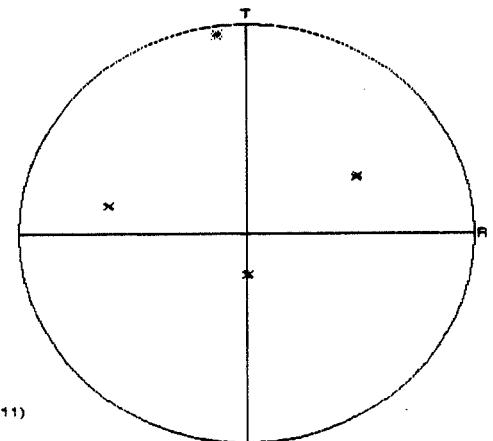
Pole Figure (111)
File: EK3D.G
Records: 4
Structure: fegamma
Upper Stereographic



← points 1,2,3,4



Pole Figure (111)
File: EK3D.G
Records: 2
Structure: fegamma
Upper Stereographic



← points 6,7

FIG. 2.15 – micrographies à l'E.B.S.D. et figures de pôles $\langle 111 \rangle$ correspondantes

$\langle 100 \rangle$. Nous en concluons donc avec prudence que les mesures faites témoignent d'une croissance de l'austénite selon un de ses axes naturels $\langle 111 \rangle$.

Relation entre l'orientation cristallographique et l'orientation morphologique Plus curieux encore de visualiser la correspondance entre orientation morphologique et cristallographique, nous avons mesuré l'orientation pour quelques (77!) points du dernier plan de l'image 3D.

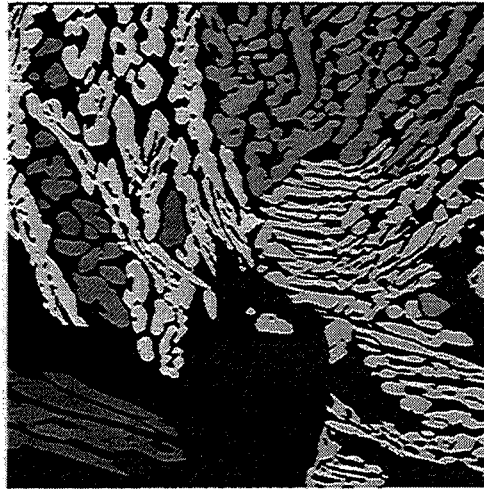


FIG. 2.16 – cartographie des orientations du dernier plan de l'image 3D ($\times 60$). Chaque sous grain austénitique a été colorié différemment. Ces sous-grains appartiennent à deux grains de ferrite, disposés grosso-modo l'un à droite et l'autre à gauche de l'image.

Nous avons ainsi cartographié l'orientation des sous grains d'austénite dans les deux grains de ferrite en présence (figure 2.16).

Nous avons de plus essayé de reconnaître l'orientation d'un îlot austénitique de forme allongée pour confirmer éventuellement une orientation $\langle 111 \rangle$ dans la direction d'allongement.

Nous avons pour cela confronté une visualisation 3D (fig. 2.17) à une figure de pôle correspondante (fig. 2.19). D'après l'image 3D, on a déterminé une direction d'allongement approximative (fig. 2.18) qui semble cohérente avec la figure de pôle.

2.2.4 Conclusion

Ces expériences confirment la solidification totale en ferrite, avec apparition de l'austénite à l'état solide, à partir des joints de grains ferritiques.

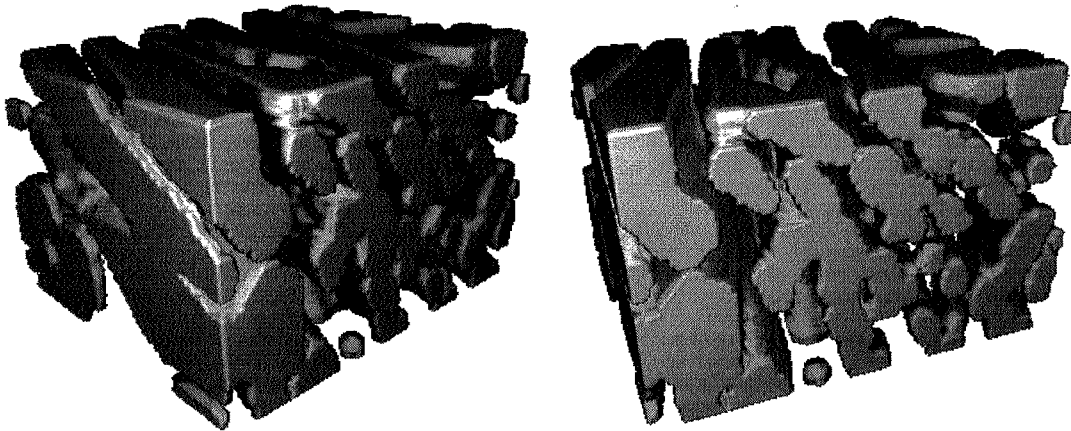


FIG. 2.17 – L'austénite est représentée en gris clair, la ferrite est virtuellement dissoute.

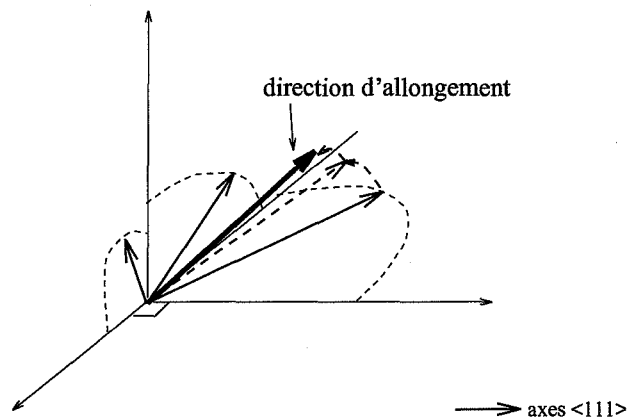


FIG. 2.18 – Direction d'allongement approximative de l'austénite d'après les observations de la figure 2.17

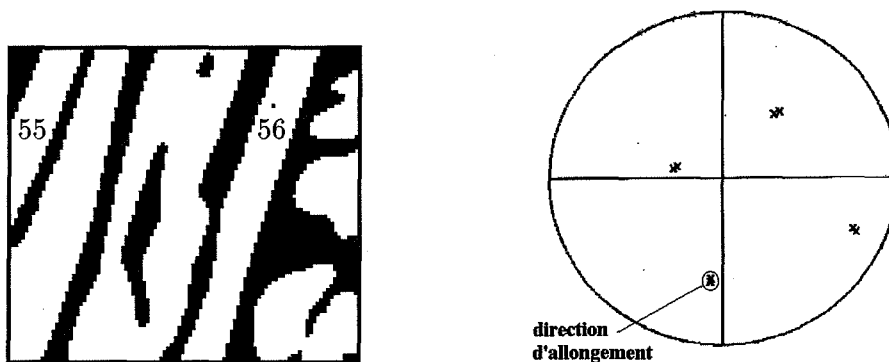


FIG. 2.19 – Figure de pôle $\langle 111 \rangle$ des points 55 et 56 indiqués sur l'image.

L'austénite croît ensuite vraisemblablement à partir d'un joint de grains dans une direction globale déterminée par l'orientation (morphologique) du joint de grains et celle (cristallographique) du grain ferritique. Un sous-grain d'austénite, par définition d'orientation cristallographique homogène, est cet ensemble d'îlots connectés, de même orientation morphologique et cristallographique à quelques degrés près, que nous appelons colonie.

Les mécanismes de solidification, la *germination* et la *croissance* sont déterminées par les *conditions de refroidissement* (forme de la pièce, composition chimique, vitesse et température d'hypertrempe). La vitesse de solidification locale résulte des *gradients de température et de composition chimique*, et leur vitesse de propagation, conduction et diffusion.

Nous exploiterons essentiellement les renseignements suivants sur les variables morphologiques :

- . la *taille* (finesse de la morphologie) est essentiellement déterminée par la vitesse de solidification.

- . l'*orientation* morphologique d'un sous-grain d'austénite correspond à son orientation cristallographique, son *anisotropie* est due à celle de la croissance. La direction d'allongement des sous-grains austénitiques paraît être la direction de croissance naturelle de l'austénite dans la ferrite.

- . l'orientation morphologique est à rayer de notre liste de variables morphologiques éventuellement pertinentes.⁷

3 Conclusion et perspectives

La seule variable morphologique qui se dégage de cette partie est la taille. L'orientation morphologique n'est pas susceptible de convenir, et l'observation d'une image 3D reconstituée ne suffit pas à proposer d'autres variables morphologiques; en effet, une bonne variable serait une grandeur qui serait caractéristique d'une zone à résilience homogène.

Nous aimerions compléter notre perception 3D de la morphologie en proposant un modèle qui permette de simuler et d'observer une morphologie 3D proche au sens des variables morphologiques précédemment définies de celle de l'acier. Nous devons d'abord préciser et quantifier ces variables morphologiques qui témoignent de nos observations et de notre compréhension de la morphologie de la microstructure en 3D.

7. Notons que nous travaillons exclusivement dans les zones de grains équiaxes. On pourrait imaginer que les zones de grains basaltiques ont une résilience qui se comporte différemment, l'anisotropie des anciens grains ferritiques serait alors une variable morphologique potentielle.

Chapitre 3

Analyse quantitative de la morphologie

Pour caractériser la morphologie quantitativement, autrement dit pour passer d'un morceau de métal à des nombres caractéristiques de la morphologie de sa microstructure, on passe par l'intermédiaire de l'**image**. C'est une représentation limitée, discrétisée de la structure, éventuellement un peu déformée, mais elle permet l'utilisation des outils de l'analyse quantitative d'image [Che85], et notamment de ceux issus de l'application de la **morphologie mathématique** à l'analyse quantitative d'image.

L'information que nous voulons conserver de l'image est la morphologie des deux phases de l'acier. Les images binaires suffiront donc à représenter la microstructure du point de vue de sa morphologie.

Une image binaire prend deux valeurs, on représente par convention l'**aus-ténite** en blanc pour la valeur 1 et la **ferrite** en noir pour la valeur 0.

Nos images sont généralement de taille 512×512 pixels en 2D, l'image 3D compte $490 \times 490 \times 64$ voxels.

Nous aborderons ici la morphologie mathématique et ses outils très qualitativement et à travers notre objectif; nous ne ferons qu'évoquer le principe des transformations mathématiques et algorithmes permettant d'aboutir à la mesure des quantités qui nous intéressent.

Nous ne pourrons pas définir du premier coup très précisément les quelques variables morphologiques pertinentes que nous mettrons en relation avec la résilience dans le chapitre 4. A partir des conclusions du chapitre précédent, nous avons des idées, pas encore très précises pour certaines, de variables morphologiques. La morphologie mathématique va nous fournir des familles de transformations dont nous pourrons extraire plusieurs paramètres, dont certains auront des significations proches (moyenne et médiane, écart-type

et écart-type relatif), voire très proches (estimateurs différents d'un même paramètre). Pour choisir, car nous voulons très peu de variables, non redondantes, et surtout explicatives de la différence de comportement mécanique, nous devons confronter les mesures de ces paramètres à celles de résilience pour observer qualitativement le lien entre elles. Nous garderons les variables "indépendantes" dont le lien avec la résilience semble le plus évident.

1 La morphologie mathématique

1.1 Un principe adapté à nos besoins

La morphologie mathématique [Mat75] [Ser82] [Che85] [Ser88] [Mat94] cherche à comparer la structure dont on veut caractériser la morphologie à des formes élémentaires et bien connues. Cette comparaison se fait dans un cadre **ensembliste** à partir des relations booléennes d'**intersection** et de **réunion**.

Une image est considérée comme un ensemble ; pour nous l'austénite γ (resp. la ferrite α) est l'ensemble des points qui prennent la valeur 1 (resp. 0).

Deux classes d'outils sont construites à partir de ce principe :

- les opérateurs morphologiques, qui permettent la **segmentation**¹ : l'image est transformée par l'opérateur pour mettre en évidence certains aspects structurels que l'on pourra ensuite quantifier sur l'image résultat. Concrètement, c'est un algorithme qui transforme une image digitalisée en une autre (lissage par exemple).
- les relations de proximité, qui permettent la **quantification** en induisant des topologies, des mesures morphologiques et donc la construction de modèles aléatoires utilisant ces topologies et mesures. Concrètement, c'est un comptage (proportion de pixels blancs par exemple).

1.2 Des propriétés adaptées à nos exigences et à nos données

Nous cherchons à résumer l'information morphologique par des quantités représentatives et mesurables de manière simple et reproductible.

Par définition, les variables morphologiques sont mesurables puisqu'elles s'obtiennent par la composition d'une transformation (mathématique sur l'image considérée comme un ensemble, algorithmique sur l'image considérée comme tableau de pixels ou voxels) et d'une **mesure** (aire, périmètre, etc...).

1. La segmentation consiste à repérer sur l'image les structures ou caractéristiques intéressantes et à les isoler.

La morphologie mathématique fait justement un choix parmi toutes les informations quantitatives que l'on peut extraire d'une image à partir de sa comparaison au sens ensembliste avec des formes connues. Elle exige le respect de quatre principes -invariance par translation ou rotation, homogénéité, additivité et continuité- qui garantissent l'objectivité, et la représentativité de la variable au sens statistique, ce qui est naturellement ce que nous demandons.

En contrepartie, les variables morphologiques que nous utiliserons exigent une hypothèse sur le matériau et les images qui le représentent : on considère que l'image est représentative d'un milieu invariant par translation et globalement homogène. On peut ainsi modéliser l'acier biphasé en 3D par un processus aléatoire spatial à valeurs dans $\{0, 1\}$ que l'on note $(X_x)_{x \in \mathbb{Z}^3}$, stationnaire² et ergodique³. Nous reverrons ces notions plus en détail dans le chapitre 5 (1.4.2 et 1.4.2.2).

En fait nous prendrons un groupe d'images pour considérer que la stationnarité et l'ergodicité sont respectées, car les dimensions d'une image (1 mm^2) sont trop petites devant l'échelle de la variabilité spatiale (quelques cm^2) pour qu'une seule image soit considérée comme représentative de tout un échantillon.

Au delà des bonnes propriétés des variables morphologiques que nous choisirons, toute la méthodologie expérimentale associée devra pouvoir respecter ces exigences. En particulier le choix et le grossissement des images utilisées pour estimer nos variables morphologiques doivent être objectifs pour être reproductibles et représentatifs, et le nombre d'images suffisamment grand pour bien représenter les différents aspects de la microstructure.

Nous avons discuté du problème de l'échantillonnage dans [Mes96], et nous en avons conclu que les images doivent être prises au hasard, à un gros-

2. Mathématiquement, la stationnarité d'un processus spatial, c'est l'invariance par translation de sa loi. Cela garantit l'homogénéité spatiale.

Cela se traduit ici par : le processus se reproduit identiquement à lui même dans toutes les régions de l'espace, autrement dit encore, en parcourant l'espace, on rencontre différentes réalisations de la même loi.

3. Mathématiquement, l'ergodicité, c'est la possibilité de connaître la loi du processus spatial $(X(x))_{x \in \mathbb{Z}^3}$, avec les $X(x)$ identiques en loi, en l'observant sur des domaines de plus en plus grands tendant vers \mathbb{Z}^3 .

Autrement dit, en parcourant l'espace d'une réalisation, on rencontrera les types de configurations de morphologie que l'on rencontrerait sur d'autres réalisations. Toute l'information que nous pourrions tirer de l'observation de plusieurs matériaux (identiquement fabriqués), dans toutes leurs configurations de morphologies, sera considérée comme bien représentée par l'observation d'un seul. L'inférence statistique sera possible à partir d'une seule image assez grande.

sissement d'une part suffisant pour que l'effet de discrétisation ne soit pas trop fort et d'autre part assez faible pour diminuer les effets de bord. Cette échelle correspond alors à celle du sous-grain austénitique, qui est celle à laquelle nous caractérisons la microstructure. Le nombre d'images à prendre est à établir expérimentalement en fonction de la variable morphologique et de la confiance que l'on veut se donner sur son estimation (voir 2.1.2 pour la représentativité par rapport à la variable morphologique de taille).

1.3 Des variables morphologiques adaptées à nos observations

Il ne s'agit évidemment pas de mesurer toutes les variables morphologiques classiques ou exotiques. Le but est de trouver un nombre réduit de grandeurs caractéristiques qui contiennent le maximum d'information en lien avec le comportement à rupture.

De l'observation des images et du comportement mécanique se dégage l'importance de la *taille* (cf. [Mas90]), de l'*orientation* (cf. [Jol92]), de l'*agencement* (connexité, répulsion) (cf. [Ver95]) des deux phases.

On remarque que l'on n'a aucune idée du rôle de la *forme* des îlots et brins (convexité, régularité, ...).

D'autre part on ne connaît pas de variable morphologique consacrée habituellement à la description de la forme qui convienne ici : la connexité des deux phases nous empêche d'utiliser tels quels les indices de forme classiques car ils sont le plus souvent utilisés pour des objets bornés (de taille de l'ordre de grandeur inférieur à celui de l'image) [Che85]. Il faudrait appliquer cela aux îlots et brins, à condition de pouvoir les séparer, ce qui paraît difficile en 2D pour l'austénite et presque impossible, voire physiquement insensé pour la ferrite. Puisque nous avons abandonné l'orientation à la fin du chapitre précédent, il nous reste la notion de taille et celle d'agencement. La forme sera peut être plus facile à appréhender au chapitre 5 à partir de l'observation des simulations issues d'un modèle mathématique.

1.3.1 La taille

La finesse de la morphologie varie comme la résilience selon les zones du coude (cf. [Mas90] et chap. 1), c'est donc une information isotrope sur la *taille moyenne des îlots et brins* qui nous intéresse particulièrement.

La taille est une grandeur morphologique bien naturelle et bien des sciences expérimentales proposent des méthodes de mesure de la taille. Le tamisage (dans le cas d'un matériau constitué de particules individuelles) est peut-être l'exemple le plus ancien de détermination de la distribution de la taille,

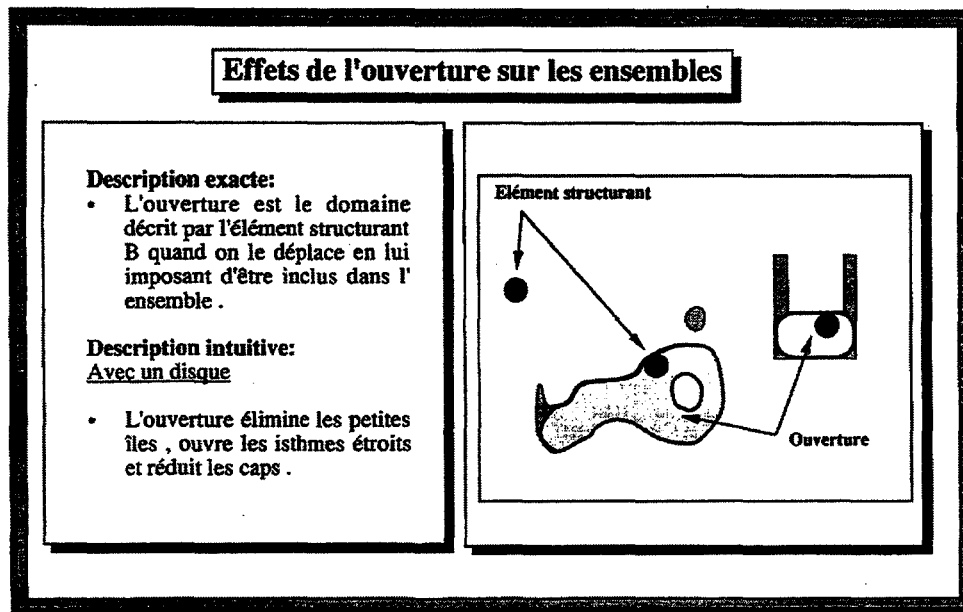


FIG. 3.1 – description d'une ouverture, extrait de [Ser90].

appelée granulométrie.

1.3.1.1 Principe théorique La granulométrie, dont la morphologie mathématique fournit une définition axiomatique très précise, correspond à la notion habituelle de granulométrie obtenue par tamisage : pour chaque taille n de la maille du tamis, on pèse (granulométrie en mesure) les particules ou on compte (granulométrie en nombre) le nombre de particules, de taille $\leq n$ qui sont passés à travers le tamis.

La granulométrie en nombre, par analyse d'image, compte pour $n > 0$ le nombre de particules blanches sur une image binaire (noire et blanche) qui disparaissent par l'application d'un opérateur morphologique (vérifiant l'axiomatique de la granulométrie).

La granulométrie en nombre et par ouvertures (la plus habituelle) utilise pour opérateur morphologique l'ouverture par un élément nB , homothétique de taille n d'une forme convexe B (fig. 3.1).

Nous appliquons cette mesure à nos images d'austénoferritique, bien que l'analogie précédente ne convienne plus, car nous ne sommes plus dans le cas des particules individuelles convexes : les deux phases ferrite et austénite sont percolées. (Il existe également dans ce cas des expériences physiques analogues, par exemple la méthode de Purcell (voir [Ser82] p.318) utilisée dans l'industrie pétrolière).

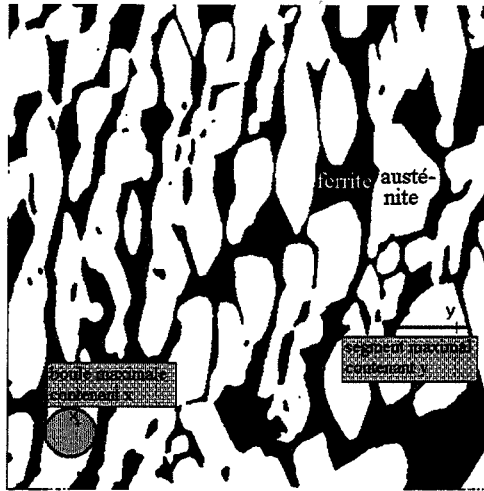


FIG. 3.2 – exemple d'une boule et d'un segment maximaux dans l'austénite ($\times 60$) : ce sont les boule contenant x et segment contenant y les plus grands inclus dans l'austénite

Nous nous intéressons au spectre granulométrique (fig. 3.3) en nombre par ouvertures, normalisé ; c'est, autrement dit, une densité. Cela revient à répertorier pour tous les $n > 0$ le nombre de nB maximaux (fig. 3.2) de rayon n inclus dans la phase considérée de l'image, rapporté au nombre total de $(nB)_{n>0}$.

Nous avons choisi pour B convexe, un segment de longueur 1, dont nous ferons varier l'orientation θ par rapport à l'horizontale ; nous expliquerons ce choix plus loin.

On estime dans chaque phase la densité granulométrique linéaire par ouvertures en nombre dans une direction θ en normalisant l'histogramme des longueurs des intercepts, intersections des droites de direction θ avec la phase considérée.

1.3.1.2 Principe pratique Techniquement, on obtient la densité granulométrique de la phase blanche d'une image binaire à partir de mesures faites sur les images obtenues par ouvertures de l'image binaire originale, ouvertures par des segments $(nB)_{n>0}$ homothétiques, n croissant :

- . pour un n donné, on fait subir une ouverture par nB à l'image binaire originale, c'est la granulométrie par ouvertures linéaires, puis on mesure la surface de l'image "ouverte".
- . puis on fait le rapport entre la surface de l'image ouverte et celle de l'image originale, c'est la distribution granulométrique par ouvertures linéaires en mesure $G(n)$.

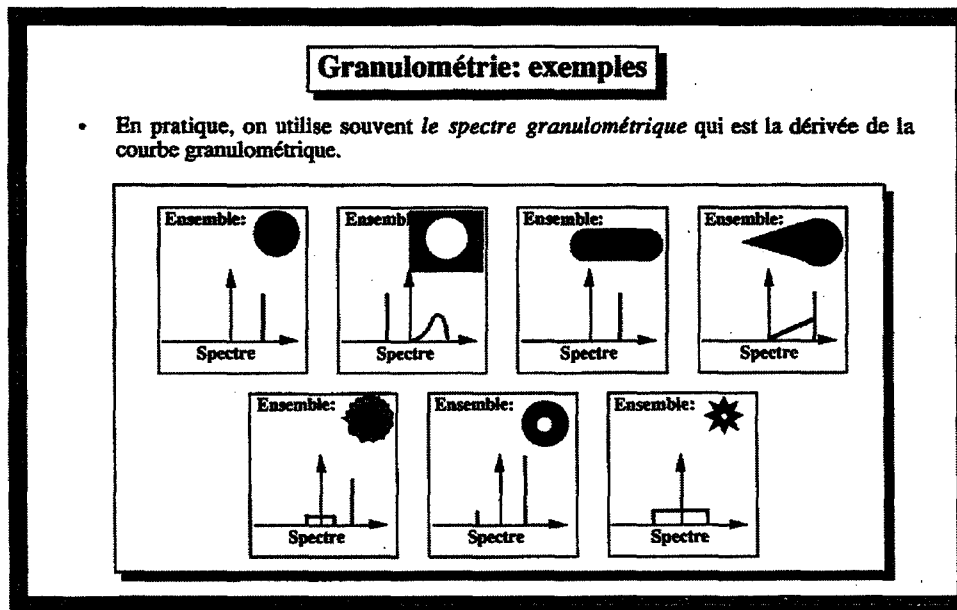


FIG. 3.3 – exemples de spectres granulométriques (par ouvertures puis fermetures), extrait de [Ser90].

- puis on dérive numériquement $G(n)$, $g(n) = G(n) - G(n - 1)$ est la densité granulométrique par ouvertures linéaires en mesure.
- puis on divise par la longueur de nB et une fois ces mesures obtenues pour tous les n (en pratique $n \in [1, 200]$) on normalise en divisant par la somme des mesures obtenues, et on obtient f la densité granulométrique par ouvertures linéaires en nombre.

Pour l'autre phase, il suffit d'inverser l'image avant de mesurer la densité ou d'utiliser des fermetures (opérateur complémentaire de l'ouverture) au lieu d'ouvertures.

Remarque : dans notre cas, puisque B est un segment, il existe une autre manière de mesurer f , que l'on appelle alors *densité de traversées en nombre*, plus rapide mais numériquement moins bonne. En effet il existe une relation simple entre f et une autre fonction plus facile à mesurer, $P(n)$ la proportion de la phase considérée dans l'image érodée⁴ par un segment de longueur n : $f(n) = -\frac{P''(n)}{P'(0)}$ ([Che85]). Nous avons utilisé cette méthode pour son gain de temps malgré les erreurs numériques non négligeables à l'origine.

4. l'érosion est l'opération duale de l'opération morphologique la plus simple, la dilatation (voir figure 3.7). Une ouverture de taille n consiste en une érosion de taille n suivie d'une dilatation de taille n .

Reste à justifier le choix d'un segment pour B . Les éléments B les plus simples en 1D, 2D et 3D sont respectivement le segment, le disque et la boule, leurs versions discrètes étant un hexagone en 2D et un cuboctaèdre en 3D. Nous avons choisi le **segment**, malgré l'isotropie et la richesse potentielle des deux autres. En effet, dans notre cas, les deux phases étant interconnectées -et très anisotropes-, il n'y a pas de notion de particules et la comparaison de la forme des deux phases à celle d'une boule perd un peu de son intérêt. D'autre part, l'anisotropie et la connexité imposent pour l'acquisition d'une image représentative, un grossissement de l'image tel que les effets de discrétisation et de bord sont particulièrement importants. (Pour plus de détails sur ce choix, cf. [Mes96]).

Pour obtenir une densité moins biaisée et plus respectueuse de l'anisotropie des deux phases, tout en fournissant une information non directionnelle, c'est à dire ne dépendant pas du choix de l'orientation du segment par rapport à la direction d'allongement de γ , on mélange en fait les densités obtenues pour toutes les directions de $[0, \pi]$. Concrètement, on en reste à quatre directions, $0, \frac{\pi}{4}, \frac{\pi}{2}$ et $\frac{3\pi}{4}$ (fig. 3.4).

Les densités nous donnent des renseignements sur la distribution des tailles des éléments maximaux. Cette information est intéressante, mais elle est encore trop riche pour être introduite dans un modèle mécanique. Commençons par commenter rapidement les densités obtenues puis nous nous en inspirerons pour trouver un ou deux paramètres qui résument ces courbes.

On peut observer sur la figure 3.4 que l'allure des densités granulométriques ou densités de traversée de γ et de α ont une allure log-normale⁵. On retrouve en fait cette forme des densités pour les images réalisées sur divers échantillons d'aciers des coudes (cf. 2.1 et 2.2.1.1), que ces images soient prises à l'intérieur d'un sous-grain austénitique ou sur plusieurs comme ici. La seule différence évidente est l'échelle, c'est à dire la moyenne, qui correspond à la finesse de la morphologie. On peut se poser des questions sur l'étalement des densités sans pouvoir y répondre en les observant simplement.

On peut remarquer également l'influence de la proportion relative des phases, plus il y a d'austénite, plus les îlots d'austénite sont larges par rapport aux brins de ferrite⁶. En revanche, la somme des traversées de ferrite et d'austénite ne dépend quasiment pas de la proportion (d'après les mesures que nous avons faites) et traduit directement la finesse de la morphologie.

5. La loi log-normale est la loi d'une variable aléatoire Y telle que $Y = \exp(X)$ où X est une variable aléatoire de loi normale

6. Mathématiquement, on sait que le rapport des traversées est égal au rapport des proportions des phases blanche et noire.

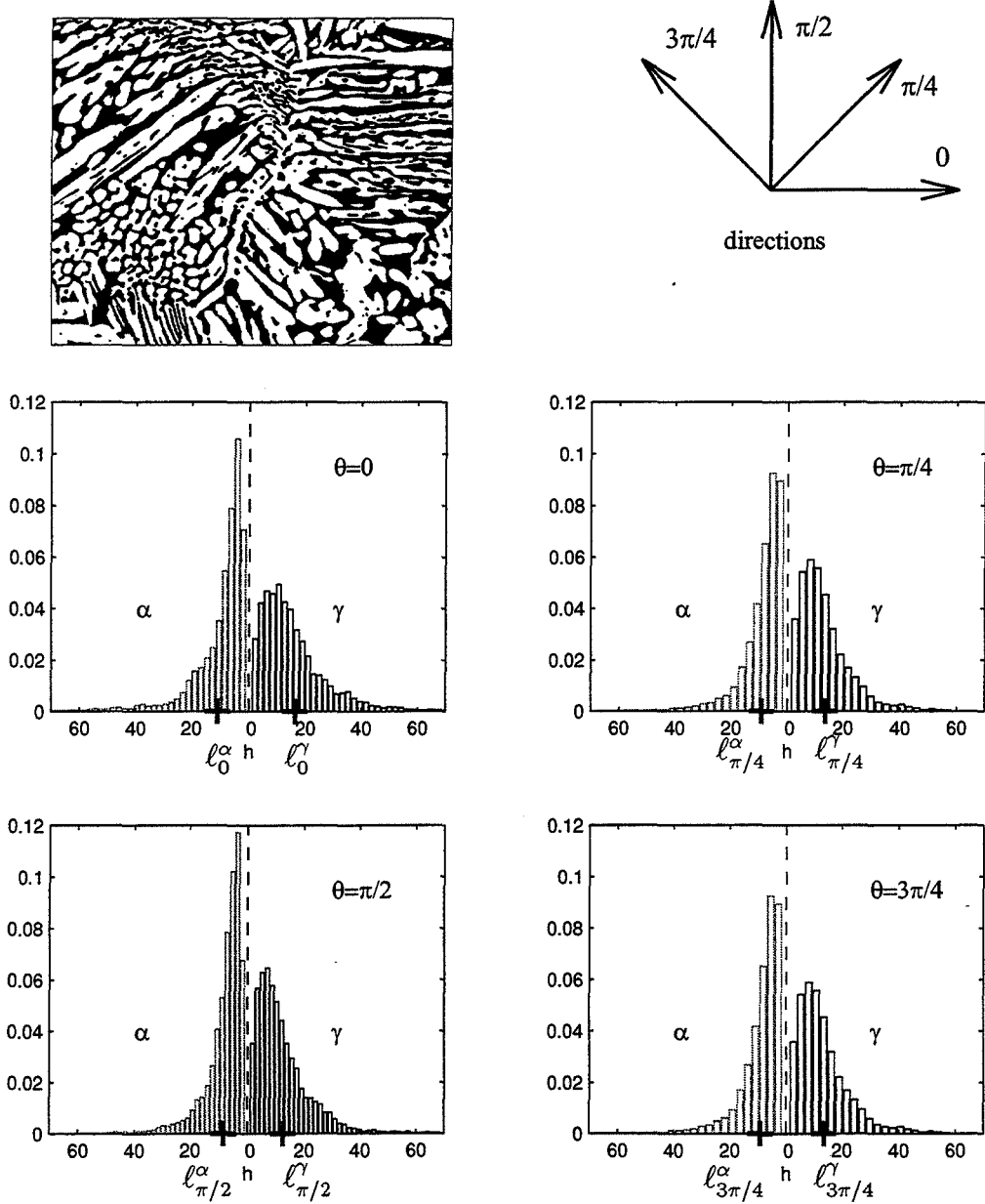


FIG. 3.4 – densités granulométriques dans les directions verticale, horizontale et diagonales calculées sur l'image ci-dessus ($\times 50$) d'un échantillon du lingotin EKA du coude approvisionné EK. La longueur des segments $h = nB$ est donnée en μm . Les croix indiquent les valeurs de traversées moyennes ℓ_θ^φ pour chaque direction et phase.

1.3.1.3 Réduction à quelques paramètres Nous voulons donc impérativement une variable qui résume le comportement **moyen** (moyenne, médiane par exemple). Nous utiliserons arbitrairement comme variable dite "de **taille**" la **moyenne**, appelée traditionnellement la traversée moyenne, sur γ et α .

Plus précisément, si on note ℓ_θ^φ la mesure sur une image de la traversée moyenne dans la direction θ (fig. 3.4) de la phase φ (austénite γ ou ferrite α), la mesure de notre variable morphologique de taille est en théorie $\frac{1}{\pi} \int_0^\pi (\ell_\theta^\alpha + \ell_\theta^\gamma) d\theta$ (cf. paragraphe précédent). Comme il s'agit de calculer ces traversées, ce qui est coûteux en temps et plus difficile pour des directions trop éloignées des directions horizontale (0), verticale ($\frac{\pi}{2}$) et diagonales ($\frac{\pi}{4}$ et $\frac{3\pi}{4}$), on se limite à ces quatre directions. D'où on prend pour mesure $\ell = \frac{1}{4}[(\ell_0^\alpha + \ell_0^\gamma) + (\ell_{\pi/2}^\alpha + \ell_{\pi/2}^\gamma) + (\ell_{\pi/4}^\alpha + \ell_{\pi/4}^\gamma) + (\ell_{3\pi/4}^\alpha + \ell_{3\pi/4}^\gamma)]$.

ℓ est la réalisation sur une image de la variable aléatoire L qui à une image associe la moyenne (spatiale) de la traversée cumulée dans toutes les directions de la ferrite et de l'austénite; λ , son espérance, est la variable morphologique indicatrice de la taille moyenne des îlots et brins sur un sous-grain quelconque de l'austénite (dans une large zone homogène du coude). On estime alors λ classiquement par la moyenne des mesures ℓ sur plusieurs images. On s'intéressera plus loin (2.1.2) au nombre minimal d'images nécessaires pour obtenir des estimations cohérentes des λ dans les différentes zones du coude et des lingotins que nous connaissons. Rappelons en effet qu'une seule image n'est pas représentative. Une estimation de λ est la moyenne sur plusieurs images de la moyenne correspondant à la densité de loi estimée par la densité granulométrique cumulée des traversées dans les quatre directions.

On peut aussi penser à une grandeur qui témoignerait de l'**anisotropie** du sous-grain dans lequel on se place. La variation autour de la taille moyenne étant essentiellement liée à cette anisotropie, on utilisera une estimation d'**écart type** relatif⁷ a priori comme variable d'**anisotropie**, et sur différentes variables aléatoires (traversée, traversée moyenne sur une image). Nous ne savons pas si une de ces variables est pertinente mais elles sont faciles à estimer, une fois les densités granulométriques mesurées. Nous observerons leurs comportements qualitativement sur des échantillons de comportement à rupture différent, et seulement si elles apparaissent jouer un rôle, nous en introduirons une dans le modèle de résilience dans le chapitre 4.

Notons que ce paramètre est un paramètre 3D mesurable directement en 2D et même en 1D. Du fait de l'ergodicité 3D du modèle lié au matériau (une

7. L'avantage de l'écart-relatif dans notre cas, c'est à dire une loi log-normale, c'est l'indépendance de l'estimation de cet écart $\frac{\sigma}{\ell}$ avec la moyenne ℓ , car l'écart-type relatif est alors une fonction uniquement de l'écart type de la gaussienne sous-jacente.

coupe 2D assez grande, quelque soit son plan de coupe, est représentative du matériau) et du fait de l'isotropie de la variable morphologique, il suffirait en effet de connaître le matériau sur une assez grande droite pour qu'elle traverse assez de zones représentatives. Nous le mesurerons en 2D, sur des images aussi représentatives que possible de la morphologie 3D.

1.3.2 L'agencement

Commençons par essayer de préciser un peu les différents aspects de ce que nous résumons de manière un peu floue par "agencement".

Les deux phases sont imbriquées, toutes les deux connexes en 3D, autrement dit cette structure fait penser à celle d'une éponge. Comment sont elles arrangées (et surtout dans le cas où il n'y a que 7 % de ferrite) pour respecter mutuellement cette connexité?

Ce que l'on va pouvoir quantifier, c'est la répartition relative, la **dépendance spatiale** des deux phases que nous avons déjà évoquée, "l'effet de répulsion" entre les deux phases, grâce à un outil morphologique simple, la **covariance**, présentée dans [Ser82] comme capable de démêler les structures imbriquées. Elle témoigne de la **probabilité pour deux points d'être dans la même phase en fonction de leur position relative**. Nous l'utiliserons uniquement pour quantifier l'effet de répulsion entre îlots d'austénite et ferrite; cet outil peut aussi quantifier les différentes échelles de structure (grains, sous-grains) ainsi que l'anisotropie, mais ce n'est pas ici notre objectif.

Ce cas de structure éponge n'est pas courant et il reste difficile d'imaginer ce qui se passe lors de la transformation de phases qui puisse expliquer ceci. Même qualitativement, il est difficile d'exprimer le lien entre cette configuration particulière et les autres aspects morphologiques. Cette connexité est une caractéristique commune à tous les aciers concernés par cette étude, mais on peut imaginer des nuances dans la manière de se connecter. Nous espérons en trouver dans le chapitre 5 en observant les simulations générées à partir du modèle mathématique.

L'unique image 3D réelle dont nous disposons est trop petite pour être représentative, mais nous avons cependant pu vérifier que les deux phases étaient bien interconnectées, et nous avons aussi pu faire des mesures qui donnent une indication sur la tortuosité des deux phases en mesurant la propagation (comme la propagation d'un fluide dans une phase poreuse) dans une phase d'un bord à l'autre de l'image. Nous n'avons pu en tirer une variable morphologique mais nous expliquerons brièvement les principes et les résultats de ces mesures.

Revenons maintenant à la covariance.

La covariance est encore un paramètre 3D mesurable directement en 2D et même en 1D. Nous la mesurerons en 2D, sur des images aussi représentatives que possible de la morphologie 3D (la représentativité n'est pas assurée par la méthode de choix des images ici puisque nous choisirons des images dans des zones d'orientation homogène de l'austénite, c'est à dire dans des sous-grains).

1.3.2.1 La covariance : principe théorique La covariance au sens probabiliste usuel est un indicateur de la dépendance entre deux grandeurs aléatoires. La morphologie mathématique l'utilise pour mesurer la dépendance spatiale des valeurs aléatoires binaires prises par deux points en fonction des caractéristiques du bipoint qu'ils forment : norme h et direction θ . Ainsi notre covariance $C_\theta(h)$ donnera à une constante additive près ($(\text{surface}(\text{phase blanche}))^2$) la probabilité pour deux points éloignés d'une distance h dans la direction θ d'être dans la même phase.

La covariance apporte des renseignements à toutes les échelles. Tout d'abord à faible distance : dans le cas extrême où l'appartenance de tout point à une phase est indépendante de celle de ses voisins et de sa position, la covariance sera nulle à cause de l'indépendance spatiale. Ici les deux phases sont formées d'amas cristallins homogènes soit ferritiques, soit austénitiques et donc il y a une dépendance spatiale : on comprend que les proches voisins sont le plus souvent dans la même phase. La proportion de voisins de même phase dans un voisinage proche sera donc forte. Cela explique que la covariance est maximale pour la distance nulle puis a tendance à décroître lorsque la distance augmente un peu. Pour nos images, bien souvent elle décroît jusqu'à atteindre un minimum négatif, c'est le fameux effet de répulsion : deux points éloignés de cette distance ont tendance à être dans une phase différente. La covariance oscille généralement ensuite autour de 0, les phases de deux points éloignés d'une telle distance sont indépendantes (fig. 3.5).

Ensuite la covariance apporte des renseignements sur la dépendance à plus forte distance et en particulier si il y a une certaine régularité, voire une certaine "périodicité", la covariance peut en témoigner. Si plusieurs dépendances existent à différentes échelles, la covariance présentera plusieurs niveaux. Ce ne sera pas notre cas, nous visualiserons plutôt une régularité traduite jusqu'ici comme étant un effet de "répulsion", par une partie négative de la corrélation spatiale (fig. 3.5).

La covariance $Cov(X_1, X_2)$, au sens usuel pour un vecteur aléatoire (X_1, X_2) est ici appliquée au cas du processus aléatoire spatial $(X_x)_{x \in \mathbb{Z}^3}$ stationnaire ergodique par lequel le matériau a été modélisé plus haut.

On considère habituellement à θ fixé $C_\theta : h \rightarrow C_\theta(h)$ qui ne dépend que de h . Pour un bipoint (x_1, x_2) de norme h et de direction θ , (fig. 3.6) on note :

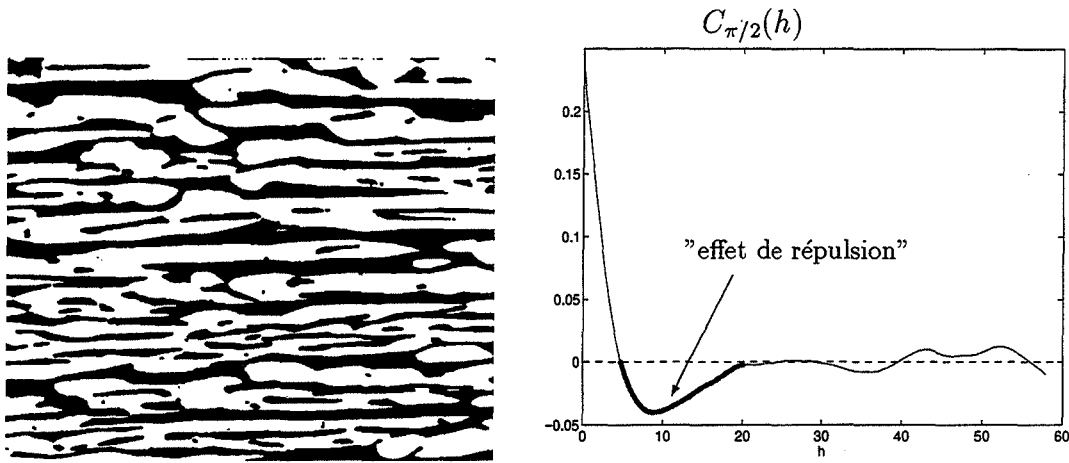


FIG. 3.5 – Exemple de la covariance dans la direction verticale d’une image ($\times 120$) du lingotin EKA.

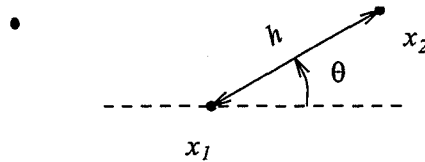


FIG. 3.6 – bipoint (x_1, x_2) de norme h et de direction θ

$C_\theta(h) = \text{Cov}(X_{x_1}, X_{x_2})$ qui est par définition $E(X_{x_1}X_{x_2}) - E(X_{x_1})E(X_{x_2})$ où E désigne l’espérance mathématique. On peut encore écrire :

$$C_\theta(h) = P(X_{x_1}X_{x_2} = 1) - P(X_{x_1} = 1)P(X_{x_2} = 1).$$

La covariance s’estime classiquement par l’écart de la moyenne du produit au produit des moyennes des valeurs du processus aux deux points d’un bipoint de l’image. La constante, $E(X_{x_1})E(X_{x_2}) = P(X_{x_1} = 1)P(X_{x_2} = 1)$, est estimée par $(\frac{\text{surface(phase)}}{\text{surface totale de l'image}})^2$.

La covariance mesure, à une constante additive près, la proportion de couples de points de même phase en fonction de leur position relative (direction θ , distance h).

1.3.2.2 Principe pratique En pratique (par analyse d’image, [Ser88], [Che85]), on se donne quelques directions θ , et on mesure les $C_\theta(h)$: on fixe θ (comme pour la taille : directions verticale, horizontale et diagonales) et on fait varier h (en général $h \in \{0, 1, \dots, 100\}$ pour les images de 512×512 pixels).

On ne prend pas les images aléatoirement comme pour la taille sinon on moyenne trop l’information structurale. Il faut choisir l’intérieur d’un sous

grain pour avoir une direction d'allongement éventuel unique. Cela diminue l'objectivité et donc la représentativité des mesures. Nous devons en reparler si nous arrivons à extraire un paramètre pertinent de cette famille de transformations.

Pour chaque $h > 0$ (h correspondant à un nombre entier de pixels dans la direction θ), on translate l'image originale de h puis on mesure la proportion de blanc commune à cette image et à sa tradatée en n'oubliant pas de retrancher la constante : $\frac{\text{surface}(\text{intersection des phases blanches})}{\text{surface totale de l'image intersection}} - \left(\frac{\text{surface}(\text{image originale})}{\text{surface totale de l'image originale}} \right)^2$.

Techniquement on trouve l'image intersection tout simplement en effectuant une opération morphologique élémentaire (une érosion d'élément B , point de coordonnées polaires (h, θ)). (fig. 3.7)

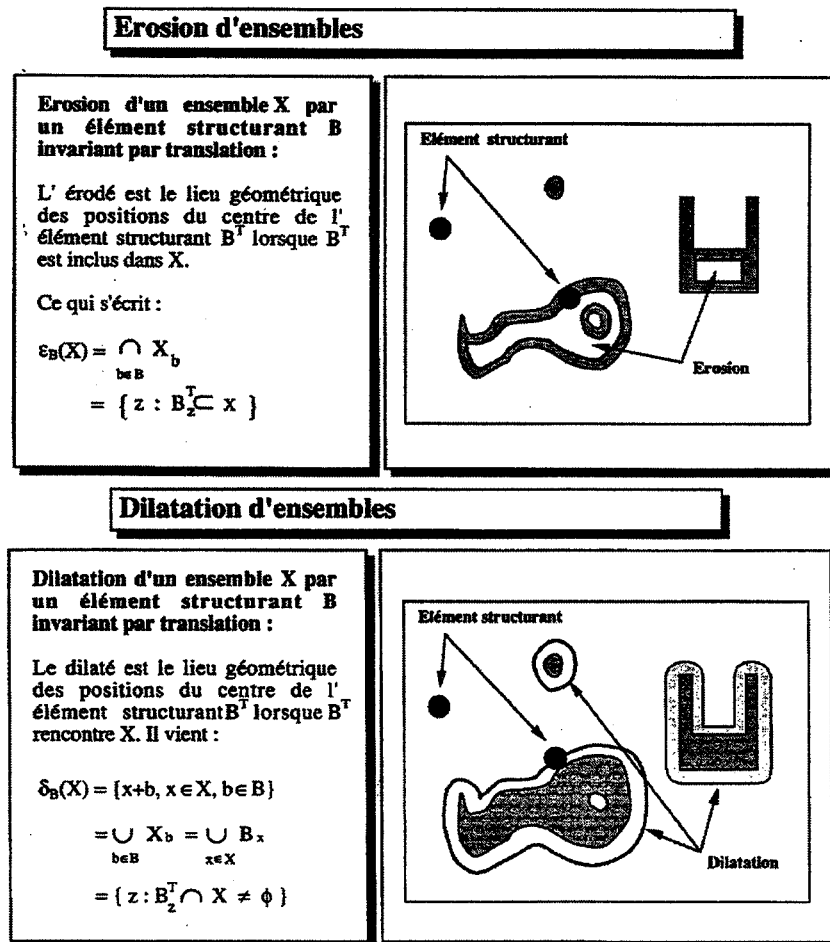


FIG. 3.7 – définition et illustrations de la dilatation et de l'érosion, d'après [Ser90].

1.3.2.3 Quelle variable en espérer? Pire qu'en ce qui concerne l'anisotropie, nous ne savons pas bien a priori quel paramètre "moyen", au sens où nous voulons une variable macroscopique, nous pourrions choisir. L'observation des mesures obtenues (cf. 2.2.2.1) ne nous permet pas de dégager une ou deux variables qui résumeraient l'information contenue dans la covariance.

On a vérifié la connexité 3D sur l'image 3D reconstituée, et on ne peut pas la mesurer sur des images 2D. On va maintenant essayer de quantifier la manière dont les îlots ou brins sont connectés en cherchant un équivalent morphologique à la notion physique de *tortuosité* : on se demande quel est le rapport entre la distance (géodésique) à parcourir pour aller d'un point à un autre dans une même phase si on est astreint à rester dans cette phase, par rapport à la distance (euclidienne) habituelle. Il est naturel de penser à la propagation puisque nous savons que la fissure se propage en 3D dans la ferrite (voir [Ver95]) autour de l'austénite. Pour être utile, si une telle variable s'avérait être liée au comportement à rupture, il faudrait qu'on puisse l'estimer à partir d'autres mesures en 2D.

1.3.2.4 La propagation : principe théorique La distance géodésique ([Mat94]) entre deux points d'une même phase connexe φ étant la plus petite des longueurs des chemins entre ces deux points contenus dans φ , nous mesurons pour chaque point d'une face de l'image 3D la plus petite distance géodésique de ce point à la face opposée (cela revient à mesurer le temps de propagation d'un liquide parti d'une face pour arriver sur la face opposée dans une phase considérée comme poreuse). Nous en avons ensuite tracé l'histogramme.

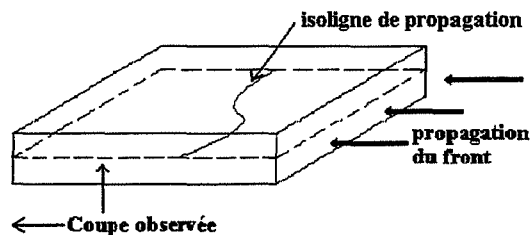
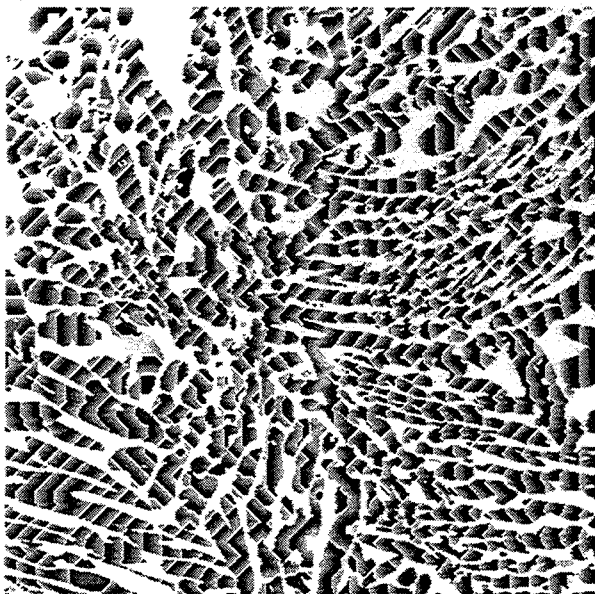


FIG. 3.8 – Visualisation de la propagation (isolignes de temps de propagation en niveaux de gris) dans l'austénite sur une coupe (n°30) du cube de l'image 3D reconstituée ($490 \times 490 \times 64$), propagation de la droite vers la gauche, avec un graphe cubique (faces centrées, à 12 sommets).

1.3.2.5 Principe pratique La propagation se fait itérativement du temps n au temps $n + 1$ par dilatation géodésique du "front" (placé au départ sur une face de l'image, dans la phase φ , voir figure 3.8). La dilatation géodésique se définit à partir de la distance géodésique comme la dilatation peut l'être à partir de la distance euclidienne (voir par exemple [Mat94]).

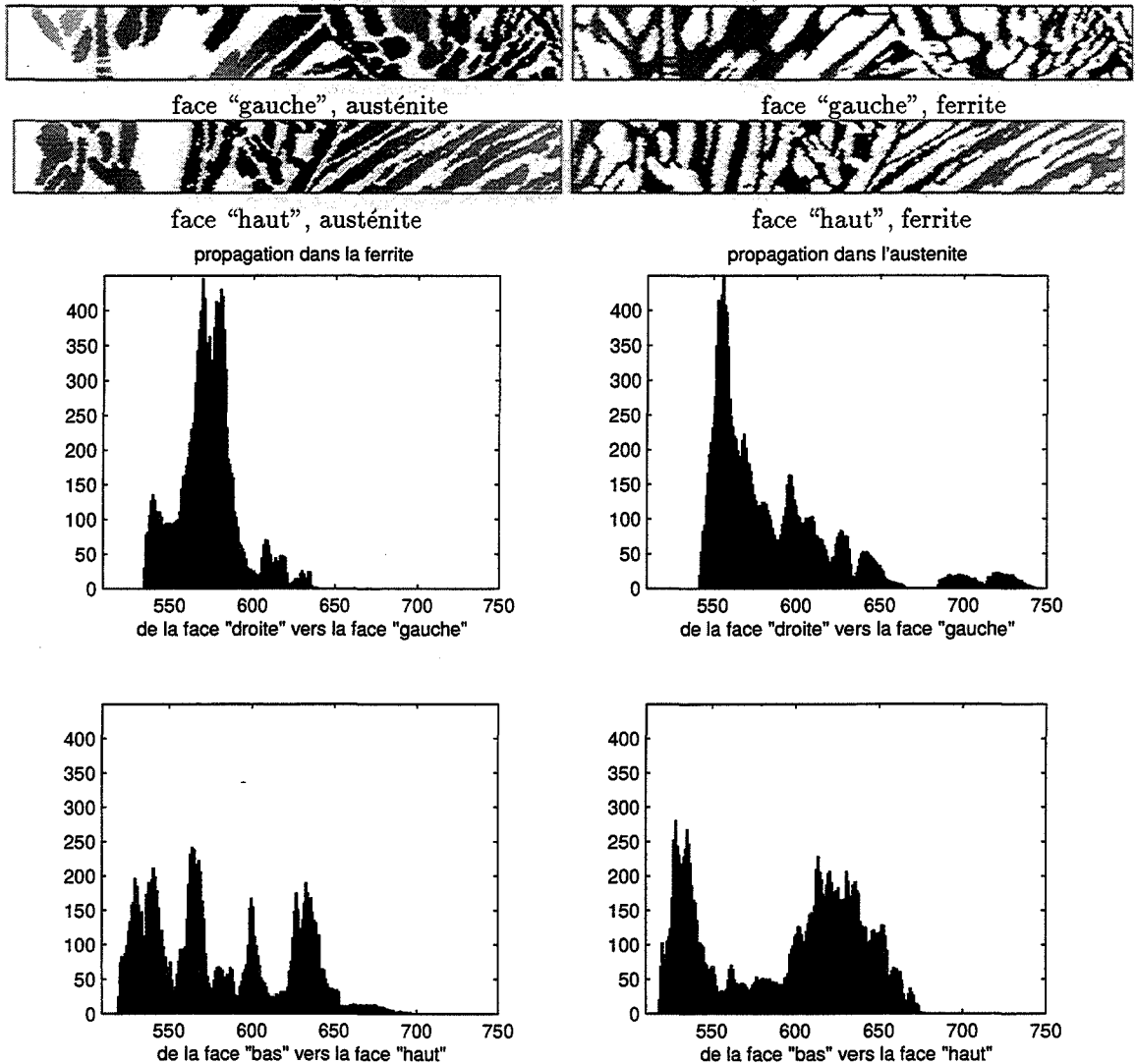


FIG. 3.9 – Temps de propagation représentés en niveaux de gris sur les faces d'arrivée et histogrammes correspondants.

Les résultats de cette propagation pour deux faces orthogonales pour les deux phases, présentés sous forme d'histogramme témoignent plus de la juxtaposition de sous-grains d'austénite d'orientation différente que de la

forme de ces sous-grains. Lorsque l'on observe la propagation pas à pas en effet, celle-ci se différencie d'abord par le sous-grain traversé (son orientation en particulier joue un rôle très important), et les différences à l'intérieur d'un sous-grain deviennent mineures (les quelques histogrammes obtenus figure 3.9 comportent plusieurs populations qui correspondent grosso-modo à des sous-grains, la propagation est d'autant plus rapide qu'elle se fait dans le sens d'allongement de ces sous-grains). L'idéal serait de disposer de plusieurs images 3D, réalisées à l'intérieur d'un seul sous-grain pour chaque image.

1.3.3 Et quoi d'autre?

Nous n'avons pas d'autre proposition à faire, mais tout espoir n'est pas perdu de trouver d'autres variables morphologiques que l'on espère 3D et mesurables en 3D par analyse d'images.

L'idée est de construire un modèle mathématique fournissant des images 3D dont la structure soit proche de celle de notre acier en ce qui concerne sa morphologie. Ces images remplaceraient les images 3D réelles que nous n'avons pas matériellement le temps de réaliser et leur observation pourrait permettre d'avoir d'autres idées de variables morphologiques à mesurer en 2D. Nous développerons un tel modèle mathématique dans le chapitre 5, et nous verrons alors l'utilisation que nous pourrions en faire.

1.4 Conclusion

Nous n'avons défini clairement qu'une variable, qui devrait être explicative d'une partie de la dispersion de la résilience et il nous reste quelques vagues espoirs de variables. Espérons dégager d'autres variables des mesures de granulométrie et de covariance et des simulations dans le chapitre 5.

2 Les mesures

Le choix et l'estimation des variables morphologiques vont se faire à partir d'images réalisées sur des échantillons. Nous commencerons par rappeler quels échantillons nous allons utiliser et comment. Nous avons à faire des choix : choix de jeux d'échantillons pour sélectionner des variables pertinentes et choix d'images et de leur nombre pour obtenir des estimations satisfaisantes. Nous présenterons ensuite les résultats des estimations des variables morphologiques.

2.1 Choix des images

2.1.1 Échantillons

Nous disposons de 22 échantillons provenant du coude EK et de lingotins de coude de composition chimique et de fabricants variés. La distinction en quatre familles (cf. chap. 1) correspond aux grandes tendances du comportement de la résilience de ces aciers.

Nous savons d'une part que la résilience de ces aciers varie de manière connue (des modèles ont été établis) avec la composition chimique et qu'aucune autre variable morphologique que la teneur en ferrite n'est prise comme paramètre du modèle de résilience. Nous savons d'autre part qu'une partie de la dispersion de la résilience semble liée aux différences de morphologie, toutes choses égales par ailleurs, entre les produits de fabricants différents et entre les différentes zones de refroidissement d'un même coude.

Nous avons comparé tout au long de notre étude les morphologies :

- de l'ensemble des 22 échantillons,
- du lingotin et des différentes zones équiaxes du coude EK (échantillons EKA, EKCA, EKCR, EKCM),
- des lingotins EKA et DL, DM de fabricants et coulées différents.

Nous travaillerons sur des jeux d'images, dont le choix va être précisé, correspondant aux jeux d'échantillons.

2.1.2 Procédure de choix des images

Rappelons brièvement la procédure expérimentale : les mesures sont effectuées par analyse d'image sur des images binaires, seuillées après leur acquisition en niveaux de gris par une caméra couplée avec un microscope optique, sous lequel on a placé un échantillon poli et attaqué à la soude pour contraster les deux phases.

De l'objectivité du choix des échantillons, des coupes et des images et de leur nombre dépend la représentativité des mesures que nous fournirons des variables morphologiques susceptibles d'expliquer en partie la dispersion de la résilience. En termes plus statistiques, nos mesures peuvent être considérées comme des estimations, et le choix des images et de leur nombre influence la qualité de ces estimations en termes de biais et de confiance.

La meilleure méthode de choix facilement reproductible est le hasard, on obtient ainsi des données indépendantes et représentatives dans le sens où, par exemple, aucune configuration n'est exagérément représentée. Nous pouvons douter de l'indépendance spatiale d'images issues d'une même coupe

d'un même échantillon, la taille d'une image étant de l'ordre du mm^2 , alors que la section des échantillons est de $1cm^2$. Nous ne percevons pas de dépendance spatiale à cette échelle, mais nous allons tenter d'asseoir ces convictions sur des preuves statistiques. Nous nous contenterons en tous cas d'un échantillon, et d'une coupe pour nos estimations et, pour la covariance, les images seront prises dans des sous-grains, sur une seule coupe par échantillon.

Pour vérifier la représentativité d'une coupe d'une part, et d'autre part pour établir le nombre n d'images à réaliser, dans le cas de l'étude de la variable morphologique de taille, λ , afin d'en obtenir une estimation "suffisamment précise", nous avons effectué, sur trois échantillons, 16 images au hasard (EKA, DL, DM), sur deux coupes de chaque échantillon.

Résumons le résultat de cette étude [Mes96]. Rappelons que nous avons nommé L (cf. 1.3.1.3) la variable aléatoire "traversée moyenne d'une image", ℓ (mesure) désigne une réalisation de L , et λ (variable morphologique) son espérance. Le comportement des mesures ℓ , sur 16 images, est celui d'une loi normale pour les deux coupes de chaque échantillon; le test statistique de Kolmogorov confirme ce modèle. Les deux populations de 16 images ne suivent pas le même comportement, car le test de Smirnov rejette l'hypothèse que la traversée moyenne d'une image suit la même loi sur les deux coupes.

La population de 32 mesures ℓ des 32 images suit une loi normale (hypothèse validée par le test de Kolmogorov, pour chaque échantillon). Une fois la loi de L modélisée par une loi normale, la loi de l'estimateur de λ et l'intervalle de confiance sur λ autour de son estimation s'obtiennent facilement en fonction du nombre n d'images utilisées.

Remarques:

1. Il faut garder en mémoire que le nombre de coupes, voire d'échantillons est peut être insuffisant, et il faudra se rappeler cette source d'erreur éventuelle lorsque nous préciserons les intervalles de confiance sur λ . Ceci dit, nous considérerons ici que cela est acceptable compte tenu de la limitation du temps et de la matière.

2. On pourrait se reprocher de se satisfaire un peu vite de la validation par les tests de la loi normale, pour le côté classique et pratique de cette loi bien connue. On ne peut pas dire que les densités empiriques, même lissées soient franchement typiques d'une loi normale. On pourrait vouloir rester plus proche des données en utilisant des méthodes non-paramétriques.

Nous avons en fait besoin d'un modèle paramétrique: nous disposons de 32 données pour 3 matériaux, mais nous voulons utiliser le comportement de ces données, autrement dit leur loi, pour en savoir plus sur d'autres matériaux. Si on propose une famille de lois (telle que celles des lois normales), l'avantage est qu'elles possèdent des caractéristiques communes (qui conviendront à tous les matériaux de condition de fabrication proches), tout en se différenciant par des paramètres (tels la moyenne et l'écart-type), quant à eux caractéristiques de chaque matériau. L'avantage d'un modèle paramétrique se manifestera également lorsque l'on voudra étudier la répercussion de nos connaissances sur le comportement de λ dans le modèle de résilience.

Une fois convaincus de l'utilité d'un modèle paramétrique, nous nous contentons du plus simple qui convienne, c'est à dire la loi normale. Nous sommes persuadés que ce choix dans sa facilité n'est pas réducteur, dans la mesure où nos données sont modestes en quantité et en représentativité.

3. Ajoutons au crédit de cette hypothèse qu'il est plutôt naturel que L suive une loi normale, puisque L provient d'une moyenne d'un grand nombre de traversées, c'est donc malgré la dépendance spatiale à faible distance, le théorème de la limite centrée qui se manifeste ici.

La largeur de l'intervalle de confiance \mathcal{I} à $x\%$ sur λ dépend du nombre n d'images et de x . Pour fixer x de manière à la fois raisonnable et adaptée à notre problème, nous avons exprimé la notion de confiance sur l'estimation de λ (C'est bien évidemment sur la résilience que l'on voudrait à terme définir la précision des résultats): on peut se dire que l'on voudrait prendre assez d'images pour obtenir à $x\%$ des valeurs de λ correctement ordonnées et même suffisamment séparées.

Une fois la loi de L modélisée par une loi normale $N(\lambda, \sigma^2)$, la loi de l'estimateur \overline{L}_n de λ et l'intervalle de confiance sur λ autour de son estimation $\hat{\lambda}$ s'obtiennent facilement en fonction du nombre n d'images utilisées. En effet, \overline{L}_n est alors de loi $N(\lambda, \frac{\sigma^2}{n})$.

Notons S_n^2 la variance empirique modifiée des mesures sur les n images, c'est un estimateur sans biais de σ^2 , $S_n^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (L_i - \overline{L}_n)^2$. Une estimation de σ^2 est donc fournie par $\hat{\sigma}^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (l_i - \hat{\lambda})^2$.

L'intervalle de confiance à $x\%$ sur λ s'obtient en utilisant le fait que $\frac{\sqrt{n}(\overline{L}_n - \lambda)}{S_n}$ suit une loi de Student $T(n-1)$ à $n-1$ degrés de liberté. Soient $\alpha = (1 - \frac{x}{100})$ et $t_{\frac{\alpha}{2}}$ le fractile d'ordre $1 - \frac{\alpha}{2}$ de la loi de Student $T(n-1)$, on obtient: $P(|\frac{\sqrt{n}(\overline{L}_n - \lambda)}{S_n}| \leq t_{\frac{\alpha}{2}}) = x\%$. D'où $\lambda \in [\hat{\lambda} - \frac{\hat{\sigma}}{\sqrt{n}} t_{\frac{\alpha}{2}}, \hat{\lambda} + \frac{\hat{\sigma}}{\sqrt{n}} t_{\frac{\alpha}{2}}]$ à $x\%$ de confiance.

La largeur de cet intervalle est $\mathcal{I} = \frac{2\hat{\sigma}}{\sqrt{n}} t_{\frac{\alpha}{2}}$, qui dépend de n et du seuil x que l'on se fixe, et malheureusement de $\hat{\sigma}$ qui est une estimation, donc variable; on ne peut en faire une fonction déterministe de (n, x) .

Un intervalle de confiance serait bien sûr très intéressant à introduire dans le modèle de résilience (à condition de poursuivre la démarche entreprise avec le modèle de résilience en utilisant à plein les techniques statistiques de la régression non linéaire).

On aimerait aussi dès maintenant avoir une idée d'un nombre d'images n suffisant pour obtenir des $\hat{\lambda}$ intéressants, suffisamment représentatifs.

Pour se donner une idée de \mathcal{I} en général, on peut utiliser les estimations $\hat{\sigma}$ obtenues avec 32 images pour DL, DM ET EKA. Pour d'autres produits, comme les EK (coude et lingotin de coude), l'extrapolation sera incontrôlée car on ne connaît des valeurs de $\hat{\sigma}$ que pour $n = 8$ simplement (et l'intervalle de confiance de σ dont nous ne

donnons pas la formule ici est alors assez large). Il est néanmoins permis de remarquer (cf. tableau 3.5) que pour $n = 8$, les valeurs de $\hat{\sigma}$ des produits du coude (EKCR, EKCA, EKCM) varient dans une même plage que celles des produits de lingotins DL, DM ET EKA et on peut espérer que pour $n = 32$ toutes les valeurs de $\hat{\sigma}$ seraient proches.

On a tracé $\mathcal{I}(n, \sigma, x)$ pour $x = 90, 95, 99$ et $\mathcal{I}(n, \sigma, x)$ pour $\sigma = 4$ (fig 3.10).

Il faudrait mieux définir ce que l'on entend par "des $\hat{\lambda}$ intéressants". (C'est bien évidemment sur la résilience que l'on voudrait à terme définir la précision des résultats).

On peut se dire que l'on voudrait prendre assez d'images pour obtenir à $x\%$ des paramètres λ correctement ordonnés et même suffisamment séparés.

Pour cela, faisons comme si on connaissait λ_{EKA} , λ_{DM} et les écarts-types⁸ correspondants σ_{EKA} , σ_{DM} en prenant pour valeur leurs estimations $\hat{\lambda}_{EKA}$, $\hat{\lambda}_{DM}$, $\hat{\sigma}_{EKA}$ et $\hat{\sigma}_{DM}$ pour $n = 32$. On cherche n le plus petit (à $x\%$) qui permette d'obtenir des estimations $\hat{\lambda}_{EKA}$ et $\hat{\lambda}_{DM}$ qui respectent $\hat{\lambda}_{EKA} - \hat{\lambda}_{DM} \geq 1$ par exemple.

On utilise le fait que $L_{DM} - L_{EKA}$ est de loi $N(\lambda_{DM} - \lambda_{EKA}, \sigma_{EKA}^2 + \sigma_{DM}^2)$, et donc on trouve à $x\%$, avec u_α ($\alpha = 1 - \frac{x}{100}$) le fractile d'ordre $\frac{x}{100}$ de la loi $N(0, 1)$:

$$\hat{\lambda}_{DM} - \hat{\lambda}_{EKA} \geq \lambda_{DM} - \lambda_{EKA} - \frac{u_\alpha}{\sqrt{n}} \sqrt{\sigma_{EKA}^2 + \sigma_{DM}^2}.$$

Pour $n = 6$ à 95%, on trouve $\hat{\lambda}_{DM} - \hat{\lambda}_{EKA} \geq 1,07$. Pour $n = 8$ à 97,5%, $\hat{\lambda}_{DM} - \hat{\lambda}_{EKA} \geq 0,95$ et à 99%, $\hat{\lambda}_{DM} - \hat{\lambda}_{EKA} \geq 0,25$

Remarques:

1. on a utilisé EKA et DM car la différence de leurs $\hat{\lambda}$ est de $4,73\mu m$ ce qui correspond à la moyenne ($4,86\mu m$) des distances entre les $\hat{\lambda}$ des produits DL, DM, et EK (cf. 2.2, tableaux 3.3 et 3.2). Le choix de la distance 1 entre ces $\hat{\lambda}$ y est aussi lié.

2. Il faut bien noter que l'on a fait l'hypothèse d'une loi normale, de paramètres ceux estimés pour $n = 32$. On peut utiliser une méthode non paramétrique d'estimation de cet intervalle de confiance, le bootstrap, pour s'affranchir de toutes ces hypothèses. Les résultats sont sensiblement les mêmes: on trouve pour $n = 8$, $\hat{\lambda}_{DM} - \hat{\lambda}_{EKA} \geq 1$ à 97% (bootstrap effectué avec 10 000 tirages).

On choisit finalement d'estimer désormais λ pour $n = 8$.

2.1.3 Images

Récapitulons les groupes d'images, correspondant aux groupes d'échantillons, pour lesquels nous donnerons des résultats dans la partie suivante.

8. ce sont les écarts-types des variables aléatoires L_{EKA} et L_{DM} , qui sont des indicateurs de la variabilité des mesures ℓ obtenues sur différentes images

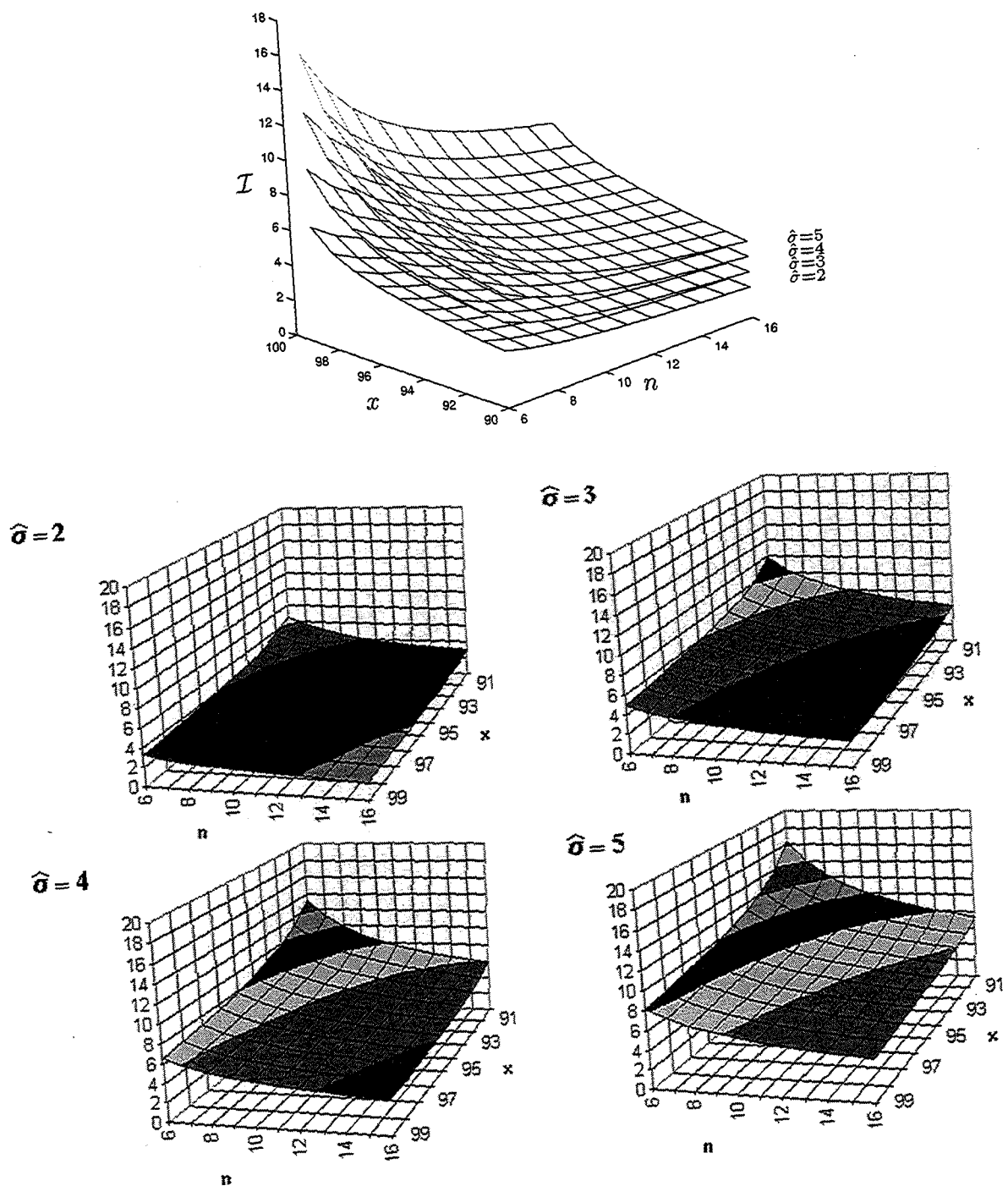


FIG. 3.10 – intervalles de confiance $I(n, \sigma, x)$ pour $\hat{\sigma} \in 2, 3, 4, 5$

Le premier jeu d'images a été réalisé dans la phase d'approche qualitative, dans l'espoir de caractériser une différence morphologique qui ne soit pas liée à un paramètre de variation de la résilience connu, tel que la composition chimique. Nous avons réalisé en moyenne six images par échantillon (128 images au total), selon les contraintes expérimentales (les échantillons non vieillis par exemple sont très difficiles à contraster par attaque chimique). Nous avons pris ces images dans des zones présentant une morphologie a priori caractéristique et souvent homogène, en essayant de garder une certaine représentativité. Le choix de ces images est cependant biaisé par le favoritisme inconscient de certaines configurations.

Hors l'influence de la composition chimique, nous n'avons pas observé d'autres grandeurs morphologiques remarquables et pertinentes que la taille moyenne des deux phases. Remarquons que le champ d'observation était un peu plus large que les 128 images, puisque sous le microscope optique, on peut observer en déplaçant l'échantillon sur toute sa surface.

Pour espérer identifier une variable morphologique qui soit un paramètre nouveau de la résilience, le plus indépendant possible des autres paramètres connus (composition chimique, température d'hypertrempe, vieillissement⁹) et des autres paramètres soupçonnés comme lui (zone de refroidissement, fabricant), nous devons considérer les échantillons pour lesquels un seul de ces paramètres soupçonnés varie.

Un deuxième jeu d'images a été réalisé sur les échantillons du coude EK et de son lingotin, pour comparer la morphologie à conditions de fabrication globales identiques. Nous comparerons les mesures de granulométrie (sur ce 2ème jeu) et de covariance (sur les images homogènes extraites du jeu 1, 115 images). La variable λ sera ici estimée, car nous savons déjà qu'elle est pertinente, sur des images choisies (jeu 2, 8×4 images) selon la procédure que nous avons expliquée précédemment, qui impose un choix d'au moins 8 images prises au hasard sur la surface polie et attaquée de chaque échantillon.

L'observation de ces images n'a rien apporté de supplémentaire sinon la confirmation que ces zones du coude ont des finesses de morphologie globales assez différentes mais aussi localement assez variable pour que la granulométrie d'une seule image ne soit pas assez représentative. (Certains sous grains de la zone sous masselotte sont aussi fins que d'autres du lingotin par exemple).

Un troisième double jeu d'images provient des lingotins EKA, DL, DM. Le seul facteur variant a priori pour ces échantillons est leur fabricant (même

9. nous savons par ailleurs que le vieillissement ne transforme en rien la morphologie à l'échelle où nous l'observons, nous ne tiendrons donc pas compte de ce paramètre forcément indépendant de nos variables.

recette de fabrication, mais savoir-faire propre à chacun). Nous comparerons leur covariance (jeu 1, 115 images et jeu 3a, 3×6 images) et leur granulométrie : on a pris au hasard (jeu 3b, $2 \times 16 \times 3$ images) seize images par coupe sur deux coupes pour chaque échantillon. Ce sont celles qui ont servi à quantifier le nombre (8) d'images pour estimer λ selon la confiance que l'on en a exigée.

L'observation de ces images n'a apporté aucune variable morphologique ; à vrai dire il me paraît impossible de différencier ces trois échantillons simplement en regardant des images à un grossissement adéquat. Et pourtant, la résilience de ces lingotins se comporte très différemment.

D'autres jeux d'images intermédiaires ont été réalisés et observés, ils nous ont amené à choisir de travailler sur les jeux précédemment présentés.

2.2 Résultats

2.2.1 Granulométrie

2.2.1.1 Observations L'observation des densités granulométriques ne nous permet pas plus que l'observation des images de proposer une nouvelle variable morphologique. Ces densités diffèrent peu en dehors des influences respectives de la finesse de la morphologie et de la composition chimique.

L'allure générale des densités de traversée de γ et de α est log-normale, à peine plus étalée relativement pour α : de manière quantitative, son écart-type relatif est plus fort. On peut interpréter cette différence comme liée à la relative convexité des îlots pour γ et la nécessité de connectivité plus difficile pour α puisque assez à très minoritaire selon nos aciers.

La comparaison des écarts-types relatifs moyens des densités granulométriques¹⁰ des échantillons de lingotins de même composition chimique EKA, DL, DM, (jeu 3b) n'ayant rien révélé (ils sont très proches) (tableau 3.5), nous avons carrément cherché à comparer leurs densités granulométriques.

Pour cela, nous avons rapporté chaque densité à une moyenne égale à 1, cumulé ensuite ces densités, puis normé l'histogramme résultant. Nous avons ainsi une densité moyenne (lissée sur la figure 3.11), pour chaque échantillon. Les trois courbes sont quasiment confondues.

C'est particulièrement décevant, car comme nous le verrons plus loin, la différence de comportement de la résilience est très forte. Nous nous contenterons pourtant de λ , en gardant un vague espoir de distinguer les covariances.

Les mesures de λ sont conformes aux observations des finesses de morphologie des quatre échantillons de la coulée de EK (jeu 2) (tableau 3.2).

10. il s'agit des écarts types relatifs estimés pour chaque phase sur chaque image, si on note l'écart type de la traversée s , nos écarts types relatifs s'écrivent $\frac{s}{\bar{s}}$.

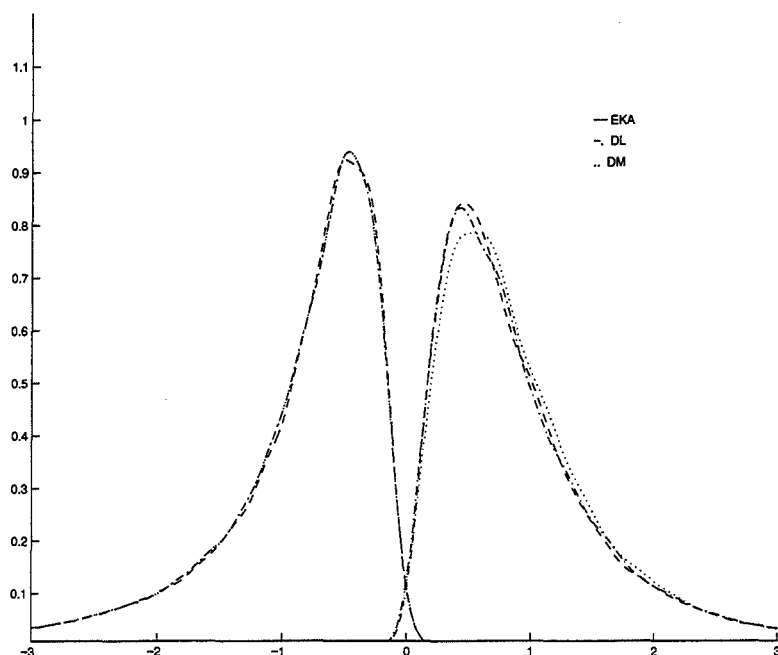


FIG. 3.11 – densités granulométriques normées et moyennées sur les 32 images (jeu 3b) des 3 échantillons EKA, DL, DM

Les mesures de λ sont également conformes aux observations des finesses de morphologie entre les échantillons de lingotin. (tableau 3.3)

Remarque : les spécialistes du matériau noteront le biais (10%) de l'estimation de la teneur en ferrite par analyse d'image. On pourrait éviter ce biais en contrôlant cette teneur lors de l'opération de seuillage, mais bien souvent, on déformerait trop la morphologie, les formes fines en particulier. Notons que ce biais n'a pas de conséquence sur λ puisqu'il somme les traversées moyennes de la ferrite et de l'austénite, et que la perte sur la ferrite est exactement compensée par le gain sur l'austénite.

2.2.1.2 Conclusion Nous disposons de données de λ qui sont directement introduitables dans un modèle de résilience à composition chimique constante. Ces valeurs sont de plus représentatives des matériaux, et leur méthode de calcul étant reproductible, elles peuvent servir de point de comparaison quantifiable.

La granulométrie à l'échelle des sous-grains ne semble pas expliquer les différences de comportement entre la résilience d'échantillons de même composition chimique et de fabricant différent.

pièce	traversée moyenne \perp à la direction d'allongement			% ferrite
	de γ	de α	cumulée	
BR	9,11	3,45	12,57	52,0
DM	11,3	7,97	19,30	42,2
EKCA	19,9	14,4	34,36	40,9
EKA	13,6	8,76	22,34	40,5
DL	11,9	7,76	19,71	39,8
EKCR	17,2	9,84	27,05	36,6
EKCM	26,0	14,15	40,16	36,1
BH	15,0	7,47	22,50	35,2
BL	11,7	5,78	17,48	33,7
BS	14,3	5,60	19,93	29,5
BW	25,1	9,98	35,05	28,9
BY	15,9	6,34	22,25	28,8
CA	14,8	5,77	20,62	28,8
BX	16,4	6,21	22,59	27,7
BQ	13,9	5,76	19,70	27,3
BP	19,6	6,70	26,32	26,6
BZ	16,5	5,47	21,95	26,5
CB	21,2	7,11	28,27	26,1
BT	20,4	6,57	27,02	24,9
CU	31,5	9,14	40,60	23,4
CX	24,1	6,77	30,91	22,8
CW	22,0	5,64	27,62	21,1

TAB. 3.1 – Mesures sur les images du jeu 1 (dans des sous grains) de la traversée moyenne (dans la direction orthogonale à celle d'allongement des sous-grains) pour la ferrite et l'austénite et somme de ces traversées.

pièce	$\hat{\lambda}$	$\hat{\sigma}$	\mathcal{I} à 95%	% ferrite
EKA	24,7	3,07	4,80	37,9
EKCR	39,2	3,27	4,99	40,0
EKCA	41,3	4,63	6,36	36,1
EKCM	49,0	2,83	4,55	42,9

TAB. 3.2 – Estimation de λ , de l'écart type et de l'intervalle de confiance correspondant sur 8 images prises au hasard pour chaque pièce, jeu 2.

pièce	$\hat{\lambda}$	$\hat{\sigma}$	\mathcal{I} à 95%	% ferrite
EKA	25,5	4,41	3,18	39.4
DL	27,3	4,36	3,15	39.4
DM	30,2	3,20	2,31	39.9

TAB. 3.3 – Estimation de λ , de l'écart type et de l'intervalle de confiance correspondant sur 32 images prises au hasard pour chaque pièce, jeu 3a.

pièce	$\hat{\lambda}$	$\hat{\sigma}$	\mathcal{I} à 95%	% ferrite
EKA	24,7	3,07	4,80	37,9
DL	27,7	3,64	5,36	38,2
DM	32,7	3,19	4,91	40,6

TAB. 3.4 – Estimation de λ , de l'écart type et de l'intervalle de confiance correspondant sur les 8 premières images du jeu 3a pour chaque pièce.

pièce	$\frac{1}{n} \sum \frac{s^\alpha}{\ell^\alpha}$	$\frac{1}{n} \sum \frac{s^\gamma}{\ell^\gamma}$
$n = 8$		
EKA	0,86	0,98
DL	0,84	0,98
DM	0,86	1,06
EKCR	0,85	1,03
EKCA	0,96	1,14
EKCM	0,86	1,04
$n = 32$		
EKA	0,88	1,05
DL	0,87	1,02
DM	0,82	1,03

TAB. 3.5 – Estimation sur les jeux 2 et 3b de l'écart-type relatif de la traversée (cumulée sur les directions horizontale, verticale et diagonales) d'une image.

2.2.2 Covariance

2.2.2.1 Observation Nous n'avons pas remarqué de différence de comportement des covariances entre les différents échantillons. L'effet de répulsion est le plus fort lorsque la covariance est mesurée dans le sens orthogonal à la direction d'allongement des îlots. (Toutes les courbes de covariance présentées sont mesurées dans le sens orthogonal à la direction d'allongement).

Il décroît lorsque la direction de mesure de la covariance se rapproche de la direction d'allongement, jusqu'à ne plus exister quand on en est très proche. L'allure est alors doucement décroissante vers 0. Cette forme de covariance correspond, nous le savons par ailleurs, à des ensembles aléatoires composés d'entités connectées ou non, biphasées, sans disposition relative particulière (leurs positions sont même indépendantes) tels que les schémas booléens, modèles classiques de morphologie mathématique.

Dans le cas où les îlots ne semblent pas allongés (tout se passe comme si le plan de coupe est orthogonal au sens d'allongement 3D des îlots), l'effet de répulsion est quasi identique dans toutes les directions.

En bref, l'effet de répulsion est le plus fort dans le plan orthogonal à la direction d'allongement des îlots et décroît avec l'angle entre la direction de mesure de la covariance et celui de la direction d'allongement.

L'effet de répulsion est le plus souvent le plus fort (covariance minimale) pour une valeur proche de λ . C'est pour cela que nous comparerons plutôt les covariances rapportées à $\lambda = 1$ (c'est à dire $h \rightarrow C(\frac{h}{\lambda})$).

Ni la forme de la partie négative de la covariance, ni la valeur de son minimum, même relatives à λ , ne semblent se comporter différemment dans les catégories d'échantillons qui se distinguent par le comportement de leur résilience.

On pourrait éventuellement associer à certaines configurations typiques de la morphologie une allure de covariance caractéristique de cette morphologie (voir figure 3.12) mais ces covariances et ces configurations se retrouvent dans tous les échantillons de la même manière pour autant que j'ai pu en juger.

Nous avons aussi comparé les covariances rapportées à une taille moyenne $\lambda = 1$ des images du jeu 3b, bien qu'il y ait trop peu d'images (3×6) pour qu'elles soient représentatives. Pour tenter de comparer les comportements selon les échantillons, nous avons représenté pour les 3 échantillons une covariance moyenne, la moyenne de ces covariances rapportées à $\lambda = 1$. (Cela revient à mesurer la covariance sur les 6 images côte à côte rapportées à $\lambda = 1$) (fig. 3.13). La différence entre ces covariances moyennes obtenues chacune à partir de 6 données est assez faible pour que nous n'en tirions aucune conclusion sur une différence morphologique des 3 échantillons.

On pourrait être tenté de représenter la covariance des 32 images (jeu 3b)

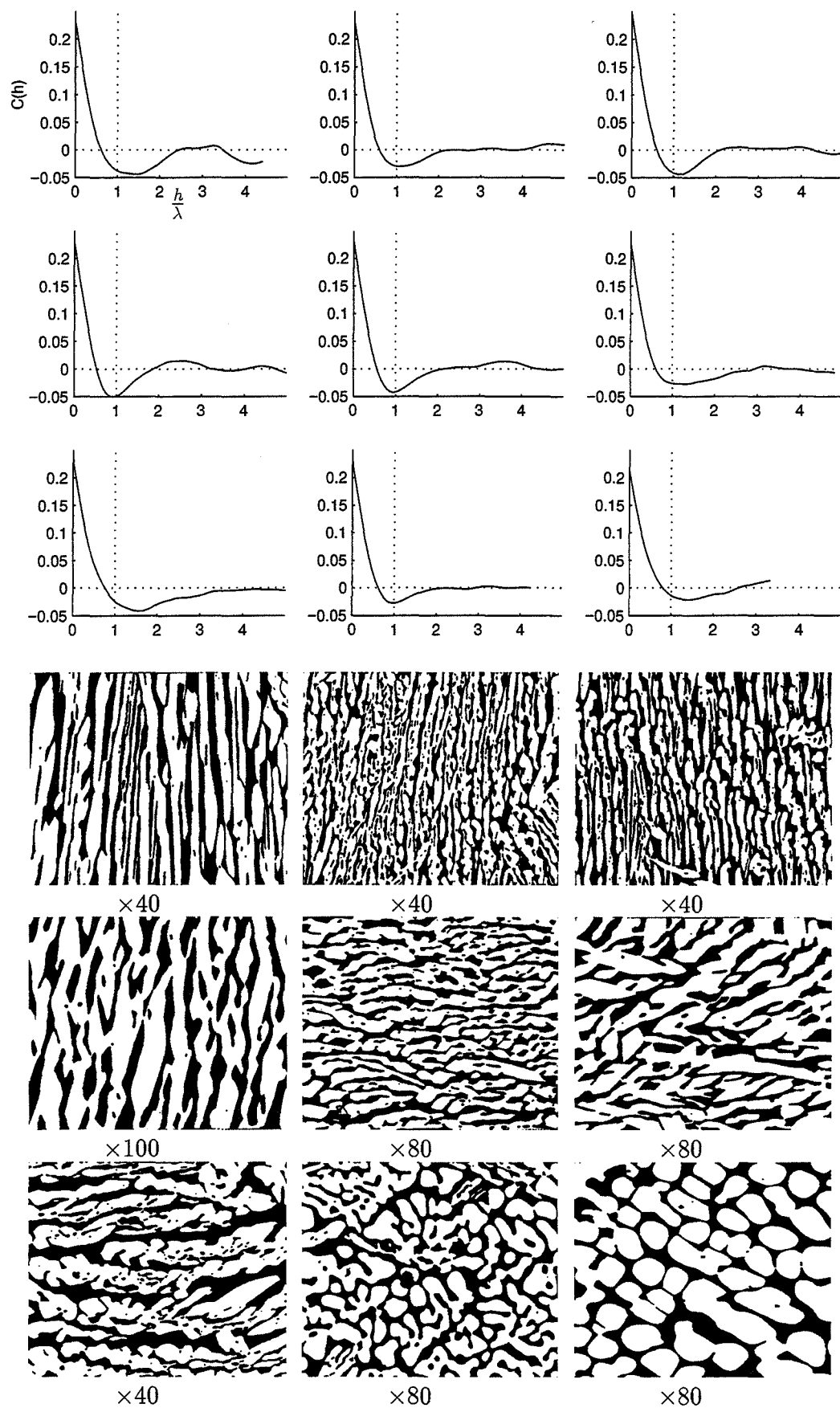


FIG. 3.12 – différentes allures de covariance et morphologies correspondantes (images du jeu 1a)

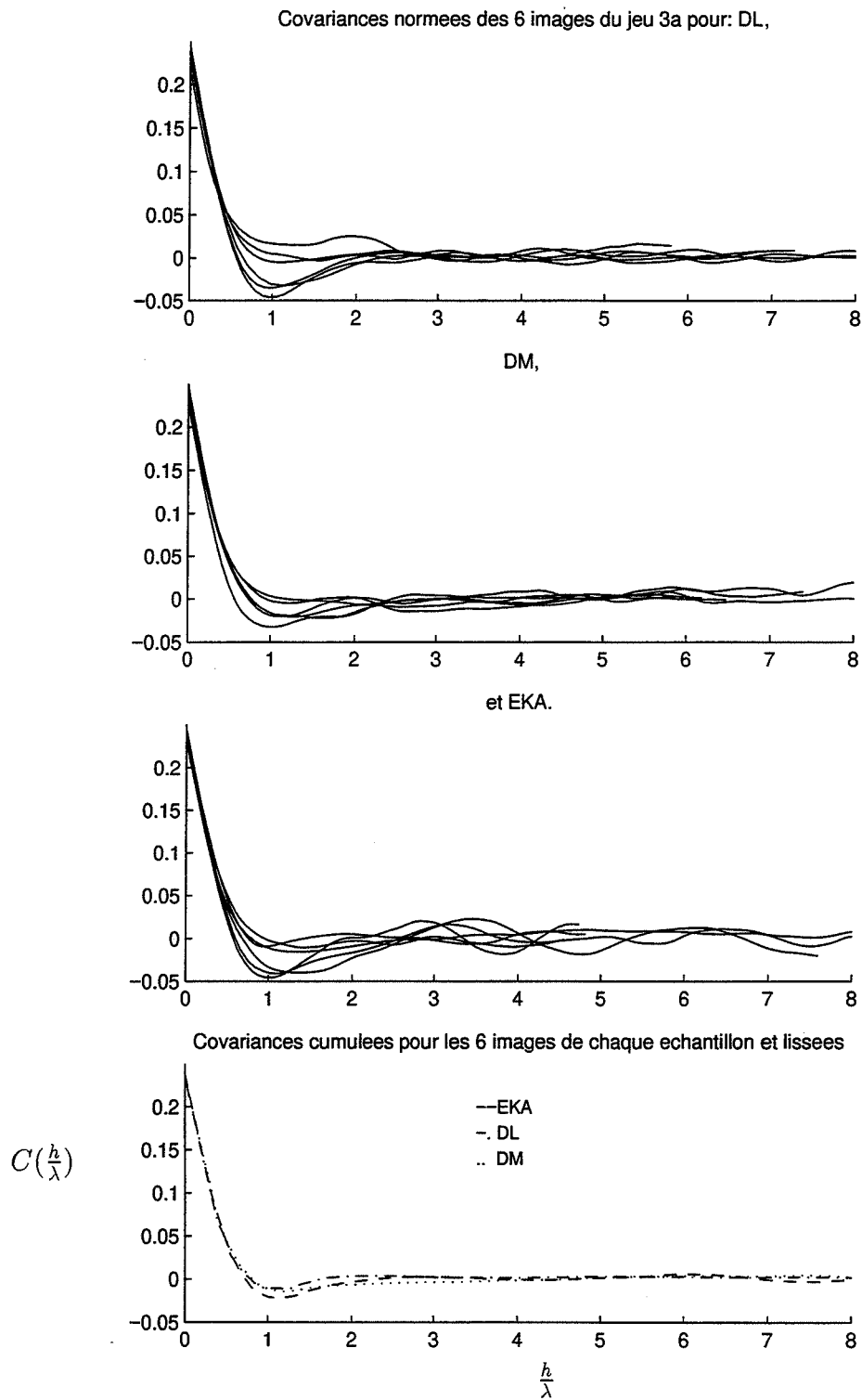


FIG. 3.13 – covariances rapportées à une taille moyenne $\lambda = 1$ sur les 6 images des 3 échantillons EKA, DL, DM (jeu 3b), et comparaison de la moyenne de ces covariances pour les 3 échantillons.

de chaque échantillon que l'on considère comme raisonnablement représentatives mais ces covariances sont trop peu informatives.

2.2.2.2 Conclusion *La covariance à l'échelle des sous-grains ne semble pas expliquer les différences de comportement entre la résilience d'échantillons de même composition chimique et de fabricant différent.*

2.3 Conclusion et perspectives

Nous avons bien défini et quantifié une variable morphologique de taille. Nous pourrions d'une part prouver son éventuelle influence sur la résilience et expliquer en partie la dispersion de celle-ci. Nous pourrions d'autre part utiliser cette variable mais aussi toute la densité granulométrique qu'elle résume ainsi que la covariance et leurs mesures pour ajuster le modèle mathématique 3D que nous proposerons dans le chapitre 5.

L'image 3D reconstituée est trop petite pour nous permettre de conclure sur les mesures de propagation et nous n'avons pu observer ni quantifier d'autre variable morphologique susceptible d'expliquer la dispersion de la résilience.

Chapitre 4

Lien entre la résilience et la morphologie

1 Introduction

1.1 Problème

Rappelons que le problème initial est la grande fragilisation des coudes en acier : austénoferritique, plus importante que prévue lors de la conception des centrales. La prévision des caractéristiques mécaniques, indicateurs de la résistance des matériaux à la rupture, est donc devenue le sujet de nombreuses études ([Mas90], [Jol92], [Ver95] par exemple).

Malheureusement les mesures mécaniques réalisées (en particulier sur les lingotins de coude et sur le coude EK) ne sont pas suffisamment bien expliquées par les paramètres considérés jusqu'ici (composition chimique, teneur en ferrite, vieillissement, température d'essai pour la résilience); c'est en particulier la grande dispersion de ces mesures qui est inquiétante : dans la mesure où on ne sait pas bien la modéliser, la prévoir, on peut avoir peur de sous-estimer ses capacités à déborder des prévisions.

On entend par dispersion des mesures d'une grandeur physique, la variabilité des mesures expérimentales, toutes conditions a priori influentes (les paramètres du modèle éventuel) étant identiques. C'est la part inexpliquée par les paramètres proposés dans la modélisation.

L'idée est de réduire la dispersion jugée trop importante par un modèle plus riche de la résilience : on cherche à expliquer la dispersion par de nouveaux paramètres pour se donner la possibilité ensuite de prévoir, en tenant compte de ces paramètres, la résilience avec une précision 'raisonnable'.

Une précision raisonnable est un compromis entre le nombre de paramètres, la com-

plexité du modèle, donc le coût des prévisions et le coût de la conséquence de l'erreur commise (pour des critères quantitatifs, voir par exemple [Aka78]).

Les mesures de résilience sont de plus habituellement, pour beaucoup de matériaux, dispersées, au delà des conséquences des limites de précision des appareils de mesure (des paramètres et de la grandeur). Ce serait donc se lancer dans une modélisation physique plus ambitieuse que de s'obstiner à expliquer cette dispersion "naturelle".

Il serait naturel d'attendre des nouveaux paramètres explicatifs qu'ils témoignent de la fabrication de l'acier. Mais nous ne disposons pas de données de fabrication autres que celles déjà prises en compte; et c'est par l'intermédiaire de la morphologie de la microstructure que nous pouvons dans un premier temps obtenir des mesures qui témoignent des différences de fabrication (puisque nous avons compris dans le chapitre 2 leur lien fort). Pour notre variable explicative, la finesse de la morphologie, nous avons une idée de paramètre de fabrication lié à cette variable: la vitesse de solidification. D'autre part on sait que chaque fabricant a son savoir-faire sans que l'on ait une idée de la variation des paramètres de fabrication entre les différents fondeurs des coudes.

1.2 Objectifs

Notre premier objectif est de prouver que le lien entre la résilience et la variable morphologique de taille λ proposée au chapitre 2 est significatif, au sens statistique.

Pour cela nous construirons dans la partie 2 un modèle de résilience notée K_v , tenant compte des paramètres θ de température d'essai, T de température de vieillissement, t durée de vieillissement dans le cas d'une teneur en ferrite et d'un fabricant fixés. (Rappelons que la teneur en ferrite est prise en compte dans les modèles actuels utilisés par EDF).

En inférant ce modèle dans des zones différentes du coude, c'est-à-dire pour des valeurs de λ différentes, nous mettrons en évidence l'influence de λ sur la résilience. (Nous verrons que le lien entre λ et la résilience est significatif, au vu des données fournies, pour les faibles vieillissements, mais pas pour les forts.)

Notre deuxième objectif sera dans la partie 3 de quantifier le lien entre la finesse de la morphologie et la résilience d'une part, et entre la finesse de la morphologie et la vitesse de solidification d'autre part.

Pour remplir le premier objectif, nous allons proposer un modèle de la forme $K_v = f(t, T, \theta)$ où f dépend non linéairement de 11 paramètres. Ceux-ci seront inférés sur deux zones du coude par régression non linéaire. (Les

données disponibles pour le lingotin EKA et la zone courante du coude EKCA uniquement sont en nombre suffisant, nous pourrions en exploiter 123 pour EKA et 85 pour EKCA, contre 40 pour EKCM et 18 pour EKCR).

La température de transition (centre de symétrie de la courbe de résilience) prévue par le modèle et les intervalles de confiance autour de ces prévisions seront alors comparés pour ces deux zones. On en déduira la différence de comportement de la résilience en fonction de la finesse de la morphologie aux faibles vieillissements.

2 Influence de la finesse de la morphologie sur la résilience

La modélisation de la résilience n'est pas ici notre premier objectif, nous cherchons seulement à passer par un modèle pour mettre en évidence l'influence de la variable morphologique de taille, λ , sur le comportement de la résilience K_v . Pour proposer un modèle, nous nous sommes inspirés de ceux qui existent pour des conditions un peu différentes. (Nous cherchons un modèle à composition chimique et fabricant fixés). Une fois la forme globale de notre modèle choisie, nous expliquerons en détail le modèle. Nous exposerons enfin la méthode d'inférence du modèle et les résultats obtenus.

2.1 Moyens

Nous disposons de 305 données de résilience pour le coude EK et son lingotin, pour différentes températures d'essai et différents vieillissements. Les données de résilience dans les zones sous refroidisseur et sous masselotte sont peu nombreuses et ne concernent pas les forts vieillissements. Toutes les données proviennent d'une même coulée et correspondent donc à une même teneur en ferrite et à un même fabricant.

2.2 Forme du modèle

2.2.1 État des lieux

Nous savons que trois modèles ont été établis :

- un modèle $K_v = f(\text{composition chimique})$ (à θ température d'essai, t durée de vieillissement, T température de vieillissement fixés).
- un modèle $K_v = f(\text{composition chimique}, t, T)$
- un modèle $K_v = f(\theta)$ (à composition chimique, t , T fixés) (c'est un modèle classique de résilience).

L'inconvénient de ces modèles est que pour toutes les valeurs de (θ, t, T) ou de (composition chimique, t, T), il faut ajuster le modèle, indépendamment des autres ajustements : pour chacun d'eux il y a peu de données, et de plus il y a peu de cohérence entre les ajustements et entre les modèles.

Nous essaierons quant à nous de proposer un modèle global quant à nos conditions, c'est à dire $K_v = f(\theta, t, T)$ à composition chimique et fabricant fixés. De plus nous ajusterons ce modèle sur chaque zone disposant de données suffisantes séparément.

C'est la forme du dernier modèle qui nous donne des idées :

$f(\theta) = A \tanh(B(\theta + C)) + D$ (\tanh désigne la fonction tangente hyperbolique, A, B, C, D sont réels). Nous utiliserons cette forme en remplaçant A, B, C, D par des fonctions de (t, T) .

2.2.2 Modèle proposé

2.2.2.1 Première ébauche Pour déterminer plus précisément la forme des fonctions de (t, T) intervenant dans le modèle, nous avons dû avoir recours à une interprétation graphique de ces fonctions et cela a donné lieu à la transformation suivante : nous avons cherché le modèle sous la forme :

$$K_v = a(\tanh(\frac{b}{a}(\theta + p)) + 1) + c$$

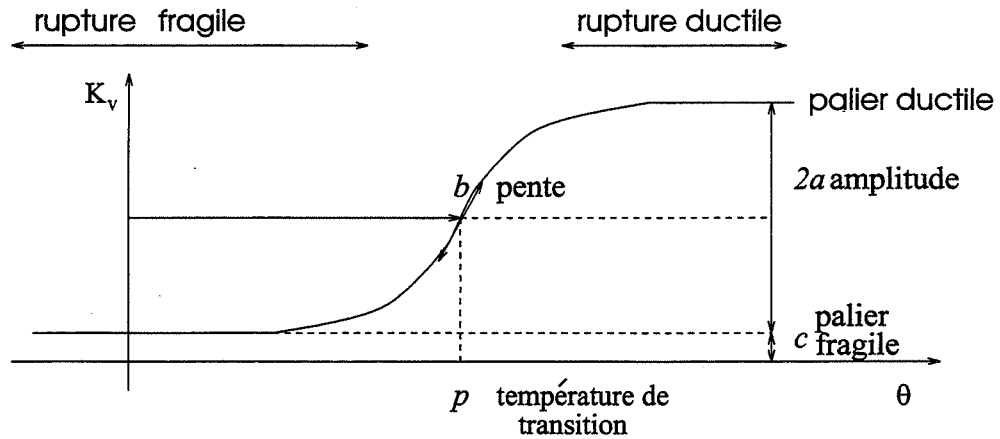


FIG. 4.1 - interprétation graphique des paramètres de la fonction $a(\tanh(\frac{b}{a}(\theta + p)) + 1) + c$

où :

c est un réel (ne dépend pas des paramètres physiques).

a, b, p sont des fonctions de (t, T) ,

avec l'interprétation graphique (cf. fig. 4.1), voire physique de ces fonctions et paramètre :

a représente l'amplitude de la résilience $\frac{1}{2}$ (palier ductile - palier fragile)

c représente le palier fragile, $a + c$ le palier ductile.

p représente le décalage au point d'inflexion/centre de symétrie de la courbe, qui est aussi la température de transition.

b représente la pente au point d'inflexion/centre de symétrie de la courbe de résilience, c'est à dire au voisinage de la température de transition.

Si on revient aux conclusions de J.P. Massoud [Mas90], qui constate que les courbes de transition (établies selon le troisième modèle cité ci-dessus) sont décalées en fonction de la finesse de la morphologie, on s'attend à ce que seul p varie significativement au sens statistique d'une zone du coude à l'autre.

2.2.2.2 Forme complète Donnons maintenant en détail la forme de a , b , et p :

$a = a_1(\log(t) + \frac{a_3 - q}{T}) + a_2$ où a_1, a_2, a_3 sont des réels et $q = 55000J$ est une constante qui représente le paramètre physique Q/R où Q est l'énergie d'activation de la démixtion du chrome dans le fer et R la constante des gaz parfaits.

$b = b_1 \tanh(b_2(\log(t) - \frac{q}{T} + b_4)) + b_5$ où b_1, b_2, b_4, b_5 sont des réels.

$p = p_1(\tanh(p_2(\log(t) - \frac{q}{T} + b_4)) - 1) + p_5$ où p_1, p_2, p_5 sont des réels.

Au total, le modèle comporte finalement 11 paramètres $a_1, a_2, a_3, b_1, b_2, b_4, b_5, p_1, p_2, p_5, c$.

Remarques :

Nous n'utiliserons pas pour l'inférence les données de résilience correspondant à un temps de vieillissement nul (état de réception).

La forme un peu simpliste de a est dictée par l'étape ultérieure d'inférence, mais a ne conviendrait pas en dehors des limites des vieillissements pour lesquels nous disposons de données (pour un trop fort vieillissement par exemple, a pourrait devenir négatif ce qui n'a pas de sens puisqu'il représente l'amplitude de la résilience).

2.3 Inférence

Il s'agit de trouver les valeurs numériques des paramètres les plus probables compte tenu des mesures de résilience données. Pour cela nous allons utiliser une méthode de régression non linéaire (puisque le modèle n'est pas linéaire en les paramètres).

Nous obtiendrons ainsi non seulement les valeurs des paramètres mais aussi les intervalles de confiance correspondants, ce qui nous permettra de

connaître un intervalle de confiance sur la température de transition pour chacune des zones. Nous comparerons ensuite les différents intervalles de confiance obtenus pour chaque zone sur laquelle nous aurons inféré le modèle.

2.3.1 Méthode

2.3.1.1 Paramètres Nous avons utilisé une méthode de régression non linéaire (voir [Car92] et [Wat88]) pour inférer les paramètres du modèle. Nous avons choisi l'algorithme d'optimisation de Levenberg-Marquardt implanté dans le logiciel Matlab avec un critère aux moindres carrés sur une transformation logarithmique de la fonction f qui donne le modèle : on a cherché à obtenir numériquement

$$\hat{\beta} = \arg \min_{\beta \in \mathcal{B}} \sum_{i \in I} (\log(f([t_i, T_i, \theta_i], \beta)) - \log(k_i))^2$$

où I est l'ensemble des expériences, $\mathcal{B} = \mathbb{R}^{11}$ l'ensemble des paramètres mathématiques possibles, k est le vecteur des mesures de résilience, f symbolise la relation mathématique (non linéaire) qui relie les grandeurs physiques (t, T, θ) et les paramètres mathématiques (β) et $\hat{\beta}$ est le meilleur ensemble de 11 paramètres.

Le modèle de régression non linéaire s'écrit habituellement sous la forme :

$$Y = g(X, \beta) + E$$

où :

- g est une fonction non linéaire de X et β , nous noterons et utiliserons encore $\eta(\beta) = g(X, \beta)$. Ici $g = \log(f)$; $Y = (y_1 \dots y_i \dots y_n)^t$ est le vecteur colonne de longueur n du logarithme des observations $y_i = \log(k_i)$, i.e. des n mesures de résilience.
- $X = (t_i \ T_i \ \theta_i)$ est la matrice $3 \times n$ des variables explicatives, i.e. des données de temps t_i , température de vieillissement T_i et température d'essai θ_i qui correspondent à chaque mesure de résilience k_i .
- β est le vecteur colonne de longueur 11 des paramètres du modèle.
- $E = (\varepsilon_1 \dots \varepsilon_i \dots \varepsilon_n)^t$ est le vecteur colonne de longueur n des erreurs ε_i , i.e. de l'écart des prévisions du modèle aux mesures réelles :
 $\varepsilon_i = y_i - f(t_i, T_i, \theta_i)$.
- on suppose que les résidus E_i suivent une loi normale d'espérance nulle et sont indépendants.

Remarque :

C'est en espérant satisfaire cette hypothèse de normalité des résidus que nous avons choisi de travailler sur $\log(K_v)$. En effet nous avons remarqué que les écarts entre les valeurs faibles de résilience sont faibles et inversement, ils sont forts pour les valeurs fortes. Nous avons donc considéré les écarts relatifs plutôt que les écarts, et nous avons constaté que les écarts relatifs des données de résilience (à θ , t , T , λ fixés) suivent grosso-modo une loi normale (voir figure 4.2). Cela veut dire dans notre cas que le bruit sur $f(X, \beta)$ est un bruit multiplicatif de loi constante, et on se ramène à un bruit additif de loi constante par une transformation logarithmique (cf. [Cox64], [Smi81]).

Cette transformation des valeurs de résilience présente l'avantage de ne pas changer la forme du problème de régression non linéaire.

La loi de l'écart des valeurs du logarithme de la résilience peut être considérée également comme assez proche d'une loi normale (voir figure 4.2).

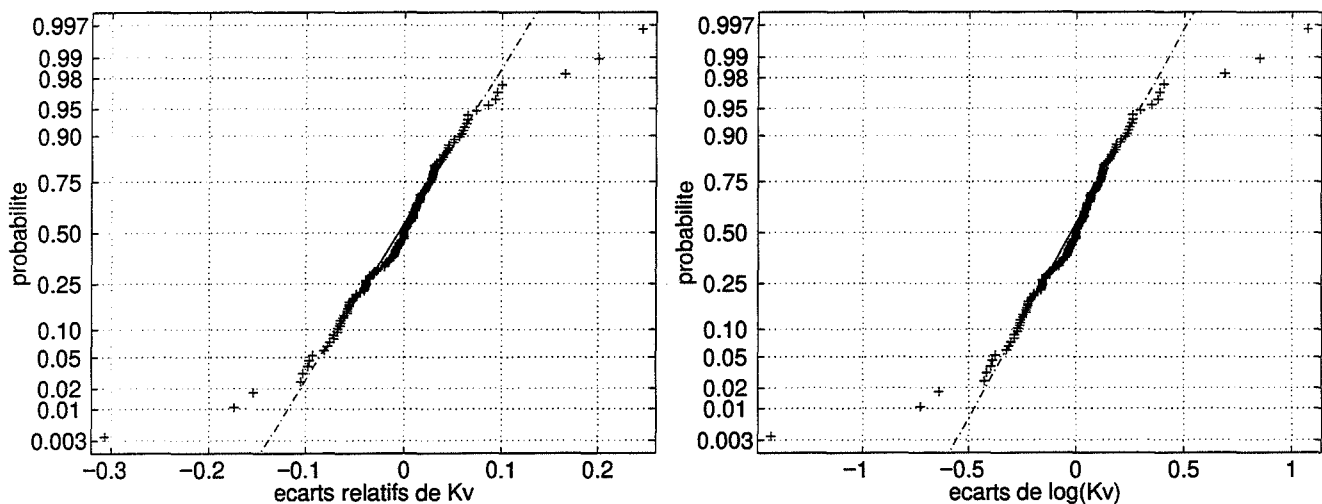


FIG. 4.2 – Droites de Henry des écarts relatifs des mesures de résilience à X fixé et des écarts du logarithme des mesures de résilience à X fixé.

2.3.1.2 Intervalles de confiance Sous l'hypothèse de la normalité, de l'identité en loi et de l'indépendance des erreurs, -i.e. on suppose que les ε_i sont les réalisations de variables aléatoires indépendantes et de même loi une loi normale centrée (d'espérance nulle)-, nous pouvons utiliser les méthodes de la régression linéaire localement en considérant que η est linéaire au voisinage de $\hat{\beta}$. Nous allons ainsi proposer un domaine de confiance approché sur la

température de transition, représentée par :

$$p = p_1(\tanh(p_2(\log(t) - \frac{q}{T} + b_4)) - 1) + p_5.$$

Au voisinage de $\hat{\beta}$, on considère : $\eta(\beta) \approx \eta(\hat{\beta}) + \nabla\eta(\hat{\beta})^t(\beta - \hat{\beta})$.

Un domaine de confiance pour β de niveau approché α est donné par (cf. [Car92]) :

$$\mathcal{D}_1 = \{\beta \in \mathbb{R}^{11}, \frac{\|\nabla\eta(\hat{\beta})^t(\beta - \hat{\beta})\|^2}{11\hat{\sigma}^2} \leq F_{11,n-11}^{-1}(1 - \alpha)\}$$

où $\hat{\sigma}^2$ est l'estimation de la variance du bruit E : $\hat{\sigma}^2 = \frac{1}{n-11}\|Y - \eta(\hat{\beta})\|^2$ et $F_{11,n-11}^{-1}$ est l'inverse de la fonction de répartition de la loi de Fisher $F_{11,n-11}$ (cf. [Sap90]).

Nous devons donc maintenant passer du domaine de confiance sur β à celui sur p .

Rappelons que les composantes de β intervenant dans p sont p_1, p_2, p_5, b_4 . Admettons que l'on range les éléments de β comme suit :

$\beta = (p_1 \ p_5 \ p_2 \ b_4 \ \dots \ c)^t$, et notons désormais pour simplifier $x = \beta - \hat{\beta}$. On note ainsi $x = (x_1 \ x_2)^t$ où $x_1 = (p_1 - \hat{p}_1 \ p_5 - \hat{p}_5 \ p_2 - \hat{p}_2 \ b_4 - \hat{b}_4)^t$ et $x_2 = (a_1 - \hat{a}_1 \ \dots \ c - \hat{c})^t$.

On cherche les bornes de variation (max et min) de :

$p = h(x_1) = x_1(1)(\tanh(x_1(3)(\log(t) - \frac{q}{T} + x_1(4))) - 1) + x_1(2)$. Dans toutes les étapes intermédiaires, on écrira les équations seulement pour le min pour simplifier l'écriture.

On va simplifier ce problème de minimisation en plusieurs étapes :

- on remarque d'abord que $\min_{x_1 \in \mathcal{D}_1} h(x_1) = \min_{\beta_1 \in \mathcal{D}_2} h(x_1)$ où \mathcal{D}_2 est l'ensemble des x_1 quand β parcourt \mathcal{D}_1 , $\mathcal{D}_2 = \{x_1, \exists x_2, (x_1, x_2) \in \mathcal{D}_1\}$. \mathcal{D}_2 est donc la projection de \mathcal{D}_1 dans l'espace \mathbb{R}^4 du vecteur x_1 , que nous allons déterminer.
- puis on utilise la remarque suivante (cf. [Car92]) : si on connaît un intervalle de confiance \mathcal{I} de niveau $1 - \alpha$ sur x_1 , on peut en déduire un intervalle de confiance $h(\mathcal{I})$ de niveau au moins égal à $1 - \alpha$ sur $h(x_1)$. En effet, \mathcal{I} est défini par $P(x_1 \subset \mathcal{I}) \geq 1 - \alpha$ et comme $P(h(x_1) \subset h(\mathcal{I})) \geq P(x_1 \subset \mathcal{I})$, on a $P(h(x_1) \subset h(\mathcal{I})) \geq 1 - \alpha$. Il nous suffira donc de déterminer un intervalle de confiance \mathcal{I} de niveau $1 - \alpha$ sur x_1 .
- une fois l'expression de \mathcal{D}_2 établie, nous aurons à minimiser et maximiser $p = h(x_1)$ sur \mathcal{D}_2 . Nous pourrions ici utiliser un algorithme d'optimisation sous contrainte dans \mathbb{R}^4 , mais nous préférons nous ramener

à un problème d'optimisation plus simple encore, dans \mathbb{R}^2 . On peut réécrire le problème d'optimisation ainsi pour le min par exemple :

$$\min_{x_1 \in \mathcal{D}_2} h(x_1) = \min_{(x_1(1), x_1(2)) \in \mathcal{D}_3} \left(\min_{(x_1(3), x_1(4)) \in \mathcal{D}_2^{(x_1(1), x_1(2))}} h(x_1) \right)$$

où \mathcal{D}_3 , domaine de confiance sur $(x_1(1), x_1(2))$, est la projection de \mathcal{D}_2 sur \mathbb{R}^2 , et $\mathcal{D}_2^{(x_1(1), x_1(2))}$ est le domaine de confiance sur $(x_1(3), x_1(4))$ lorsque $(x_1(1), x_1(2))$ est fixé dans \mathcal{D}_3 . On détermine \mathcal{D}_3 de la même manière que pour \mathcal{D}_2 .

- Commençons par déterminer \mathcal{D}_2 .

Réécrivons maintenant le domaine \mathcal{D}_1 sous la forme :

$$\{x \in \mathbb{R}^{11}, x^t Q x \leq r^2\} \text{ où } Q = \nabla \eta(\hat{\beta})^t \nabla \eta(\hat{\beta}) \text{ et } r^2 = \frac{F_{11, n-11}^{-1}(1-\alpha)}{11\hat{\sigma}^2}.$$

Pour déterminer \mathcal{D}_2 le domaine de confiance de x_1 , on cherche à projeter l'ellipsoïde de dimension 11 obtenu ci-dessus sur l'espace \mathbb{R}^4 des paramètres x_1 .

Faisons un petit dessin dans \mathbb{R}^3 au lieu de \mathbb{R}^{11} en admettant que l'on projette sur \mathbb{R}^2 (figure 4.3).

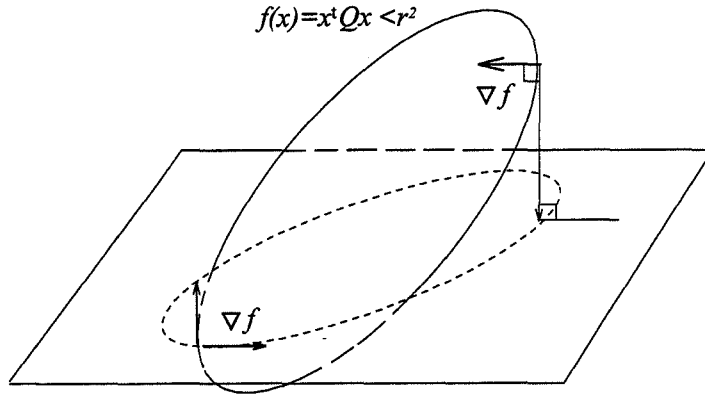


FIG. 4.3 – Projection d'un ellipsoïde d'équation $x^t Q x < r^2$ de \mathbb{R}^3 dans \mathbb{R}^2 : l'ellipse obtenue est l'ensemble des x_1 du plan \mathbb{R}^2 vérifiant $x_1^t Q x_1 < r^2$ et tels que le gradient de la surface en ces points soit parallèle au plan de projection.

Traduisons encore que x appartient à \mathcal{D}_1 : notons Q_{11} la matrice 4×4 des 4 premières lignes et 4 premières colonnes de Q , on a :

$$Q = \begin{pmatrix} Q_{11} & Q_{12} \\ Q_{12} & Q_{22} \end{pmatrix}, x = \begin{pmatrix} x_1 \\ x_2 \end{pmatrix}$$

ce qui donne l'équation suivante du domaine \mathcal{D}_1 de confiance de x :

$x_1^t Q_{11} x_1 + x_1^t Q_{12} x_2 + x_2^t Q_{12} x_1 + x_2^t Q_{22} x_2 \leq r^2$ que l'on peut encore écrire :

$$x_1^t Q_{11} x_1 + x_1^t Q_{12} x_2 + x_2^t (Q_{12} x_1 + Q_{22} x_2) \leq r^2 \quad (4.1)$$

On écrit que les composantes du gradient aux points de la projection de \mathcal{D}_1 sont parallèles au plan de projection. Ce gradient vaut :

$$2Qx = \begin{pmatrix} Q_{11} & Q_{12} \\ Q_{12} & Q_{22} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} x_1 \\ x_2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} Q_{11}x_1 + Q_{12}x_2 \\ Q_{12}x_1 + Q_{22}x_2 \end{pmatrix}.$$

Du fait que le gradient est parallèle au plan de projection :

$$Q_{12}x_1 + Q_{22}x_2 = 0 \text{ et } x_2 = -Q_{22}^{-1}Q_{12}x_1.$$

En remplaçant dans 4.1 on obtient :

$$x_1^t Q_{11} x_1 + x_1^t Q_{12} (-Q_{22}^{-1} Q_{12} x_1) + x_2^t \cdot 0 \leq r^2 \text{ c'est à dire :}$$

$\mathcal{D}_2 = \{x_1 \in \mathbb{R}^4, x_1^t (Q_{11} - Q_{12} Q_{22}^{-1} Q_{12}) x_1 \leq r^2\}$ et nous pouvons écrire, en posant $M = Q_{11} - Q_{12} Q_{22}^{-1} Q_{12}$, la définition du domaine de confiance de x_1 :

$$\mathcal{D}_2 = \{x_1 \in \mathbb{R}^4, x_1^t M x_1 \leq r^2\} \quad (4.2)$$

- Il nous reste à trouver l'intervalle de confiance sur p , c'est à dire les bornes de variation de $p = h(x_1)$, lorsque $x_1 \in \mathcal{D}_2$. Nous allons adapter de nouveau les notations pour décomposer ensuite le problème de minimisation/maximisation. Rappelons l'expression de p :

$$p = x_1(1)(\tanh(x_1(3)(\log(t) - \frac{q}{T} + x_1(4))) - 1) + x_1(2) \text{ et notons :}$$

$$V = \begin{pmatrix} \log(t) - \frac{q}{T} \\ 1 \end{pmatrix}, u = \begin{pmatrix} x_1(1) \\ x_1(2) \end{pmatrix} \text{ et } v = \begin{pmatrix} x_1(3) \\ x_1(3)x_1(4) \end{pmatrix}, \text{ nous}$$

cherchons les bornes de variation de p , c'est à dire :

$$\min_{(u,v) \in \mathcal{D}_2} (u(1) \tanh(V^t v) + u(2)) \text{ et } \max_{(u,v) \in \mathcal{D}_2} (u(1) \tanh(V^t v) + u(2)).$$

Rappelons que nous préférons nous ramener à un problème d'optimisation dans \mathbb{R}^2 :

$$\min_{(u,v) \in \mathcal{D}_2} (u(1) \tanh(V^t v) + u(2)) = \min_{u \in \mathcal{D}_3} (\min_{v \in \mathcal{D}_2^u} (u(1) \tanh(V^t v) + u(2)))$$

où \mathcal{D}_3 , domaine de confiance sur u , est la projection de \mathcal{D}_2 sur \mathbb{R}^2 , et \mathcal{D}_2^u est le domaine de confiance sur v lorsque u est fixé dans \mathcal{D}_3 . On détermine \mathcal{D}_3 de la même manière que pour \mathcal{D}_2 et on trouve pour \mathcal{D}_3 la définition suivante :

$$\mathcal{D}_3 = \{u \in \mathbb{R}^2, u^t N u \leq r^2\}$$

avec $N = M_{11} - M_{12}M_{22}^{-1}M_{12}$.

Déterminons maintenant \mathcal{D}_2^u , c'est l'intersection de \mathcal{D}_2 avec le plan $\{(x, y) \in \mathbb{R}^2, x = u(1), y = u(2)\}$. On obtient donc l'expression de \mathcal{D}_2^u en considérant dans la définition de \mathcal{D}_2 (4.1) que u est fixé :

$$\mathcal{D}_2^u = \{v \in \mathbb{R}^2, (u \ v) \begin{pmatrix} M_{11} & M_{12} \\ M_{12} & M_{22} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} u \\ v \end{pmatrix} \leq r^2\} \text{ c'est à dire :}$$

$$\mathcal{D}_2^u = \{v \in \mathbb{R}^2, v^t M_{22} v + 2u^t M_{12} v \leq r^2 - u^t M_{11} u\}$$

- Il s'agit maintenant de calculer successivement le minimum (resp. le maximum) sur \mathcal{D}_2^u en fonction de u puis de minimiser (resp. maximiser) l'expression obtenue sur \mathcal{D}_3 . La première expression s'obtiendra en utilisant la théorie des multiplicateurs de Lagrange, puisque nous sommes dans un cas d'optimisation sous contrainte, et la deuxième s'obtiendra numériquement.

Nous pouvons ici remarquer que la fonction \tanh étant croissante, le sens de variation de $(u(1)\tanh(V^t v) + u(2))$ est celui de $u(1)V^t v$. Donc pour obtenir $(\min_{v \in \mathcal{D}_2^u} (u(1)\tanh(V^t v) + u(2)))$, il suffit de minimiser

$u(1)V^t v$ sous la contrainte $v \in \mathcal{D}_2^u$ ce que nous allons résoudre analytiquement en utilisant la théorie des multiplicateurs de Lagrange :

$\exists \lambda \in \mathbb{R}, \nabla(u(1)V^t v) + \lambda \nabla(v^t M_{22} v + 2u^t M_{12} v) = 0$, ce qui s'écrit encore : $\exists \lambda \in \mathbb{R}, u(1).V + 2\lambda(M_{22}v + M_{12}u) = 0$, c'est à dire : $\exists \mu \in \mathbb{R}, v = M_{22}^{-1}(\mu V - M_{12}u)$.

Pour déterminer μ , on remplace l'expression de v dans celle de \mathcal{D}_2^u :

$$(\mu \tilde{V} - M_{12}u)^t M_{22}^{-1t} M_{22} M_{22}^{-1} (\mu V - M_{12}u) + 2u^t M_{12} M_{22}^{-1} (\mu V - M_{12}u) \leq r^2 - u^t M_{11} u$$

et on trouve après simplification :

$$\mu^2 V^t M_{22}^{-1} V + u^t (-M_{12} M_{22}^{-1} M_{12} + M_{11}) u - r^2 \leq 0 \text{ d'où les expressions :}$$

$$\mu^2 = \frac{-u^t N u + r^2}{V^t M_{22}^{-1} V}, \quad v = M_{22}^{-1} \left(\pm \sqrt{\frac{-u^t N u + r^2}{V^t M_{22}^{-1} V}} V - M_{12} u \right).$$

Remarquons que les deux valeurs de v donneront le minimum et le maximum cherchés, donc nous n'avons pas à choisir le signe de μ .

Notre problème de minimisation et de maximisation est donc maintenant réduit à la recherche de :

$$\max_{u \in \mathcal{D}_3} \text{ et } \min_{u \in \mathcal{D}_3} (u(1) \tanh(V^t (M_{22}^{-1} (\pm \sqrt{\frac{-u^t N u + r^2}{V^t M_{22}^{-1} V}} V - M_{12} u))) + u(2)).$$

Pour cela nous avons utilisé un algorithme d'optimisation sous contrainte implanté dans le logiciel Matlab. L'algorithme ne convergeant pas dans tous les cas, nous avons plus simplement discrétisé l'ellipse \mathcal{D}_3 et cherché sur la grille obtenue les valeurs maximale et minimale obtenues pour p . Si nous avons dû faire de l'optimisation sous contrainte en dimension 4 sur p_1 , p_5 , p_2 , b_4 , la résolution numérique aurait été beaucoup plus difficile.

Les résultats numériques sont présentés dans le paragraphe suivant.

2.3.2 Résultats

Nous présentons ici les valeurs obtenues pour les données de K_v correspondant à la zone courante et au lingotin pour les vieillissements communs (t, T) , ce qui suffit pour comparer les températures de transition et leurs intervalles de confiance à vieillissement fixé. L'inférence est cependant réalisée en utilisant les données de résilience dans ces deux zones pour tous les vieillissements (hormis l'état de réception auquel nous n'avons pas voulu attribuer un vieillissement arbitraire).

Dans les deux autres zones, sous masselotte et sous refroidisseur, les données sont en nombre assez faible devant le nombre de paramètres et c'est pourquoi nous nous contentons ici des deux premières zones.

2.3.2.1 Paramètres On obtient les valeurs données dans le tableau 4.1 pour $\hat{\beta}$:

lingotin		coude zone courante	
p_1	= -167	p_1	= -164
p_5	= -51,9	p_5	= -0,788
p_2	= -24,9	p_2	= -39,2
b_4	= 82,8	b_4	= 83,1
a_1	= -2,06	a_1	= -2,14
a_2	= -46,7	a_2	= -49,0
a_3	= $3,34 \cdot 10^4$	a_3	= $3,34 \cdot 10^4$
b_1	= $9,50 \cdot 10^{-2}$	b_1	= $9,34 \cdot 10^{-2}$
b_2	= -0,793	b_2	= -0,205
b_5	= 1,34	b_5	= 1,57
c	= 1,56	c	= 1,74

TAB. 4.1 – Paramètres inférés du modèle.

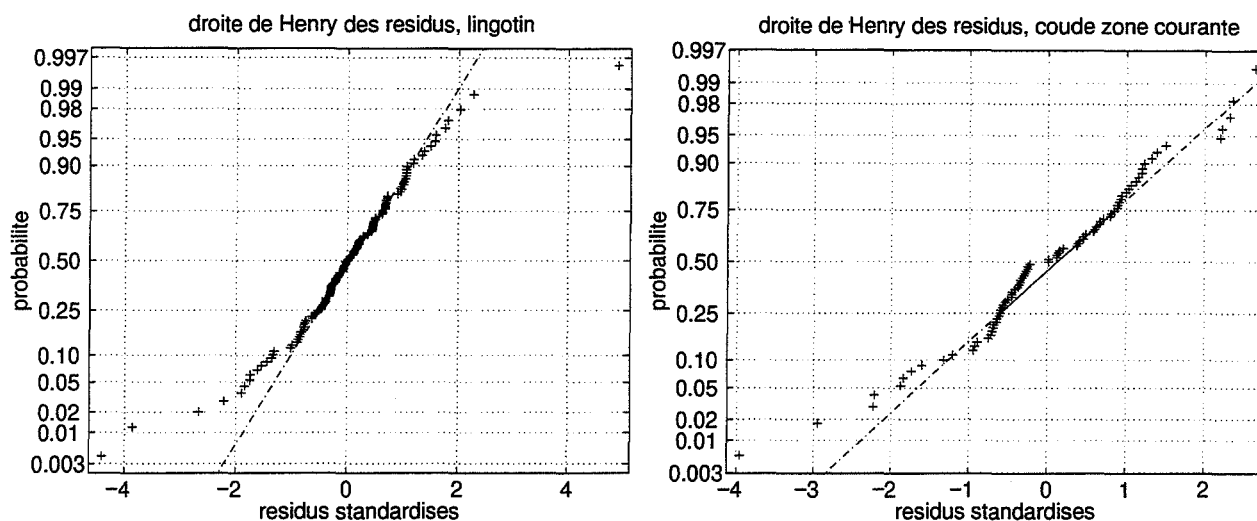


FIG. 4.4 – droites de Henry des résidus standardisés pour le lingotin et pour la zone courante du coude.

Les courbes correspondantes sont représentées sur les figures 4.5 à 4.19, ainsi que les droites de Henry des résidus standardisés (fig. 4.4).

2.3.2.2 Intervalles de confiance Les intervalles de confiance de la température de transition sont donnés dans le tableau (4.2) pour chacun des vieillissements correspondants.

temps t de vieillissement en h	température T de vieillissement en °C	température T de transition en °C		intervalle de confiance sur p à 99%	
		lingotin	z. courante	lingotin	z. courante
10000	285	-49	-27	[-60;-38]	[-36;-18]
2500	300	-49	-27	[-60;-38]	[-36;-18]
10000	300	-49	-27	[-60;-38]	[-36;-17]
2500	325	-49	19	[-60;-38]	[7;32]
10000	325	203	181	[179;225]	[159;203]
2500	350	292	300	[261;323]	[281;319]
10000	350	292	303	[261;323]	[283;323]
2500	400	292	304	[261;323]	[284;324]
10000	400	292	304	[26;323]	[284;324]

TAB. 4.2 – Températures de transition et leurs intervalles de confiance.

Les intervalles de confiance sont aussi représentés sur la figure 4.21. Il apparaît nettement que les intervalles de confiance sont disjoints entre les

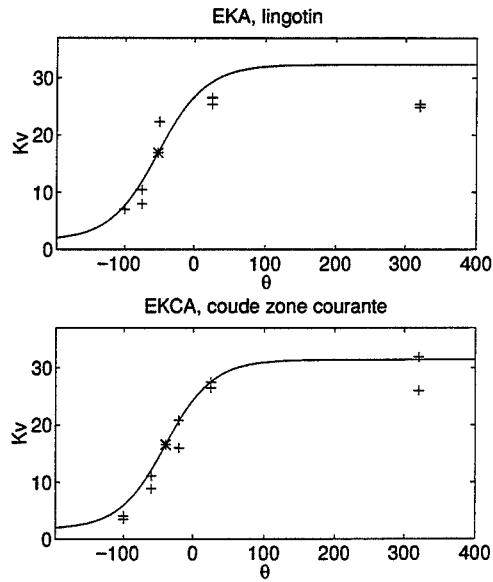


FIG. 4.5 – mesures de résilience et courbes de transition prévues par le modèle au vieillissement $t = 2500h$, $T=300^\circ C$

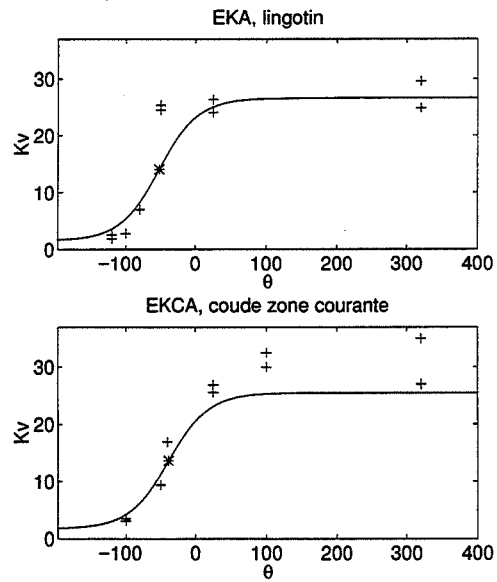


FIG. 4.6 – $t = 10000h$, $T=300^\circ C$

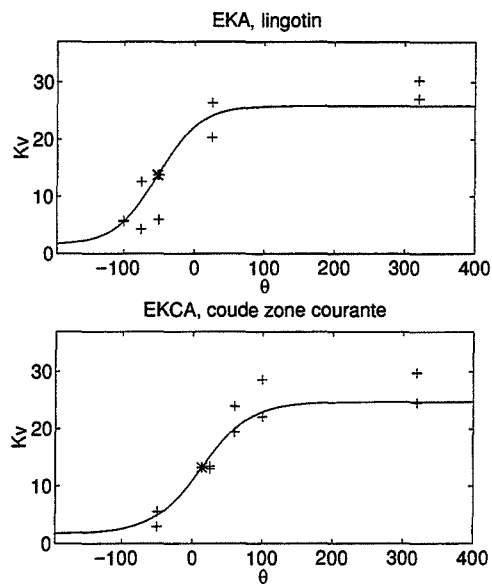


FIG. 4.7 - $t = 2500h$, $T=325^{\circ}C$

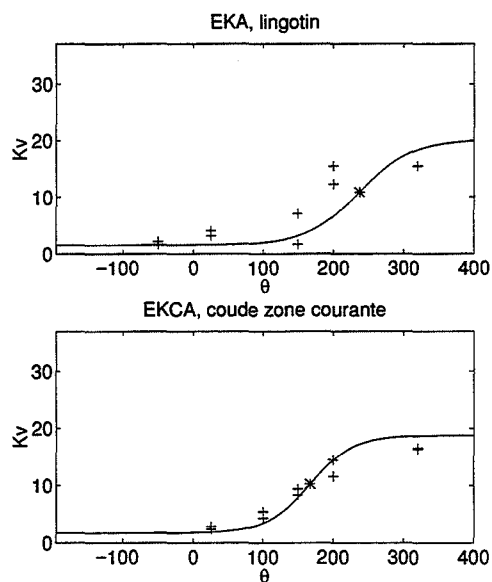
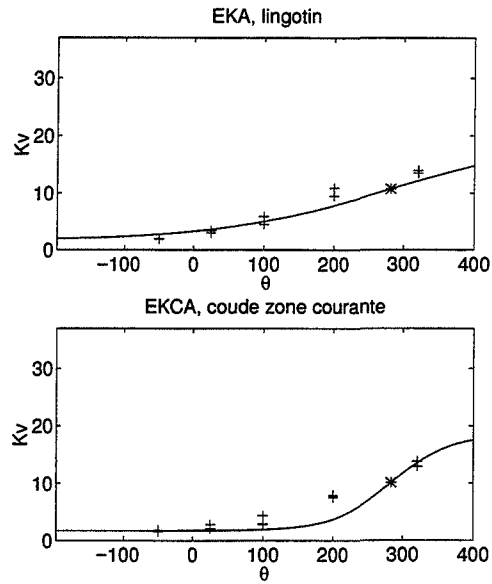
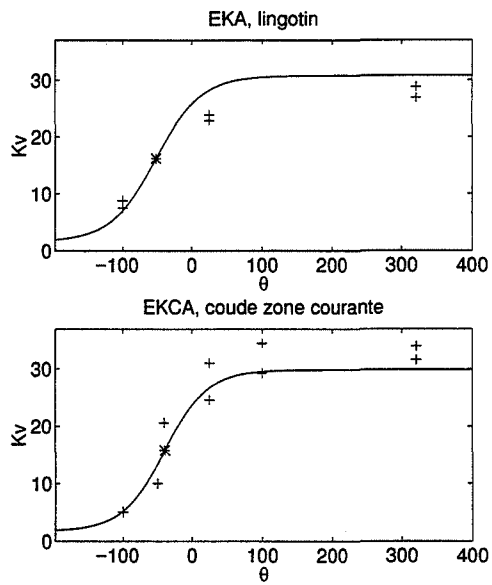
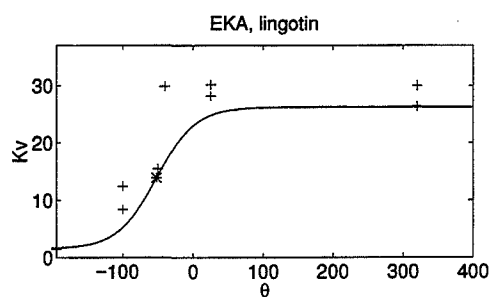
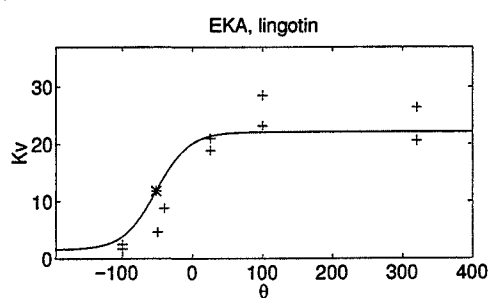
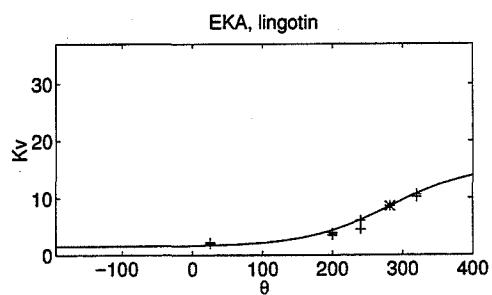
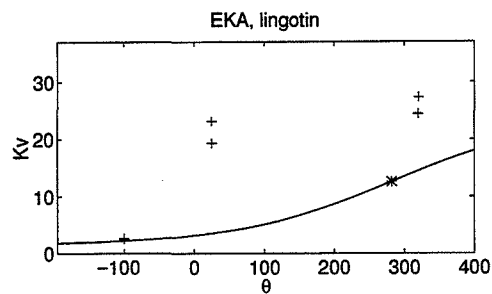
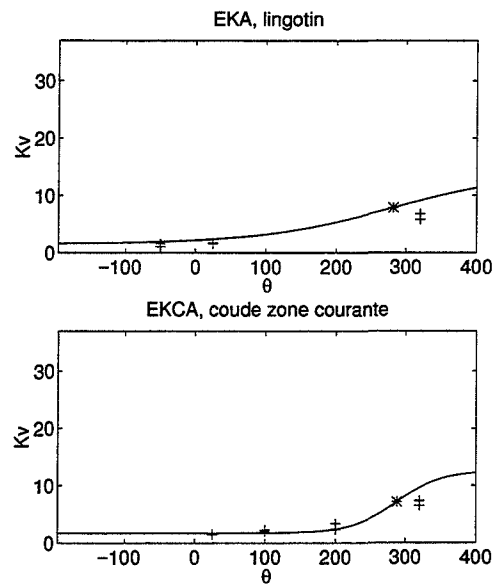
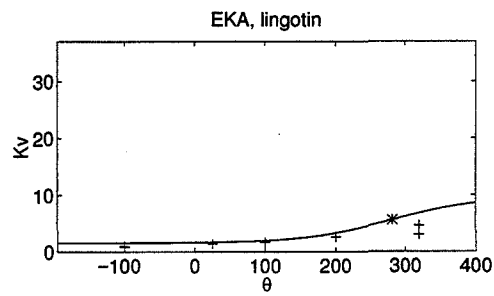
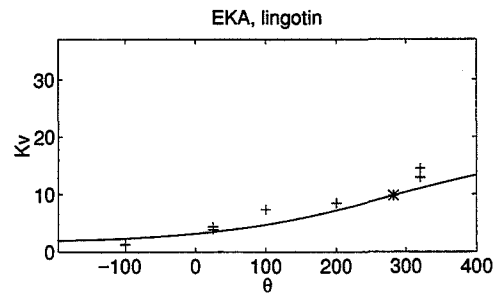


FIG. 4.8 - $t = 10000h$, $T=325^{\circ}C$

FIG. 4.9 - $t = 2500h$, $T = 350^\circ C$ FIG. 4.10 - $t = 10000h$, $T = 285^\circ C$

FIG. 4.11 - $t = 30000h$, $T=285^\circ C$ FIG. 4.12 - $t = 30000h$, $T=300^\circ C$ FIG. 4.13 - $t = 30000h$, $T=325^\circ C$ FIG. 4.14 - $t = 1000h$, $T=350^\circ C$

FIG. 4.15 - $t = 10000h$, $T=350^\circ C$ FIG. 4.16 - $t = 30000h$, $T=350^\circ C$ FIG. 4.17 - $t = 300h$, $T=400^\circ C$

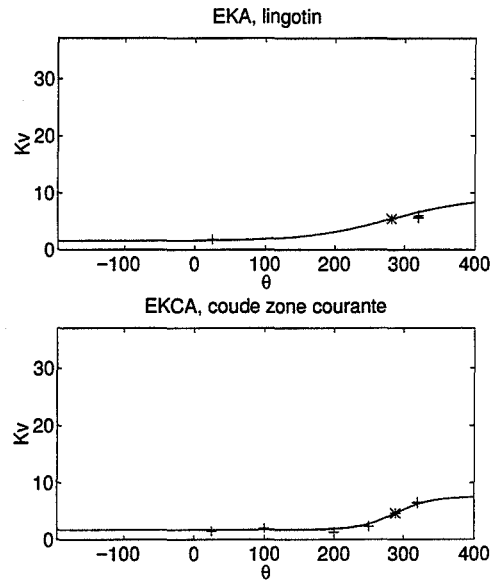


FIG. 4.18 - $t = 2500h$, $T=400^{\circ}C$

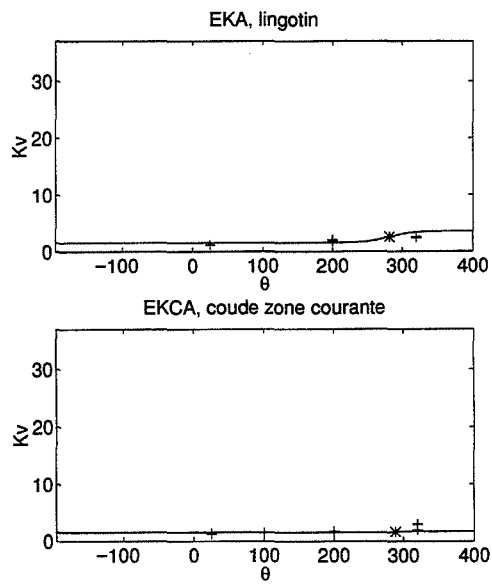


FIG. 4.19 - $t = 10000h$, $T=400^{\circ}C$

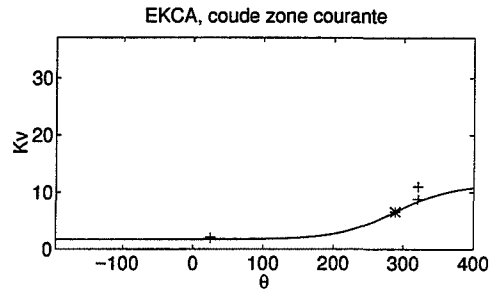
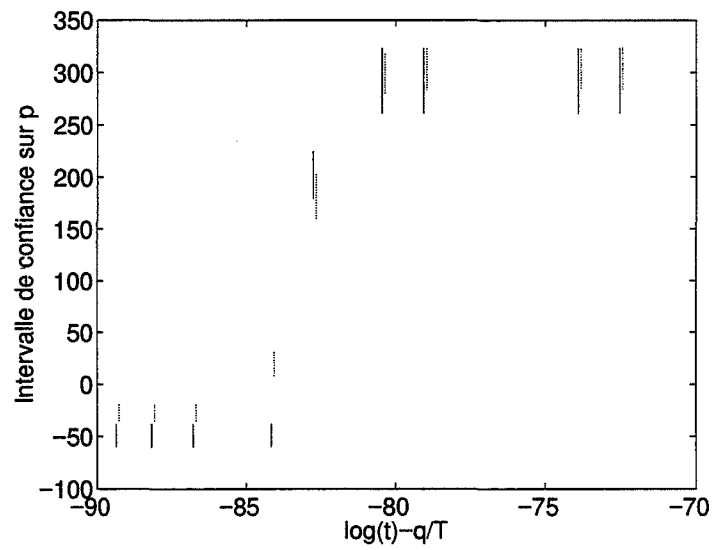
FIG. 4.20 - $t = 1000h$, $T=400^{\circ}C$ 

FIG. 4.21 - Comparaison des intervalles de confiance des deux zones (à gauche en gris foncé le lingotin ($\hat{\lambda} = 24,7\mu m$), à droite en gris clair le coude ($\hat{\lambda} = 41,3\mu m$)) en fonction du vieillissement.

deux zones, c'est à dire pour deux valeurs de λ différentes (on a obtenu 24,7 et 41,3 au chapitre précédent) pour les faibles vieillissements uniquement ($\log(t) - \frac{q}{T} \leq -80$ ici). *On peut en conclure que le lien entre K_v et λ est significatif pour ces faibles vieillissements et qu'aux forts vieillissements, λ ne paraît plus avoir aucune influence sur K_v , puisque les intervalles de confiance correspondants se recouvrent complètement.* Cela est essentiellement dû au manque de données pour les forts vieillissements (2 données pour 3 températures d'essai en général par zone). Une seule valeur de vieillissement donne un ordre inversé des températures de transition, cela est dû à une seule donnée de résilience (si on la considérait comme aberrante et qu'on la retirait, l'ordre des températures de transition serait celui des λ et les intervalles de confiance correspondants ne s'intersecteraient plus, mais rien ne nous autorise à la considérer comme telle).

2.3.3 Commentaires

On peut regretter à première vue d'une part que certains paramètres (comme a et p) aient une forme un peu grossière, et d'autre part que dans la zone de fort vieillissement qui est celle où l'on aurait à faire des prévisions, la précision soit assez faible.

Il faudrait pour remédier à cela disposer de plus de données et surtout dans les zones où l'on connaît mal ces paramètres, et dans les zones où l'on voudrait pouvoir faire une très bonne prévision.

Augmenter le nombre de paramètres n'est pas une solution. Lorsqu'on augmente le nombre de paramètres, pour le paramètre a par exemple, dont on peut trouver que sa forme (affine) n'est pas très "physique", (par exemple en prenant un polynôme du second degré, voire un tanh), les paramètres sont trop liés entre eux et les intervalles de confiance résultants sont énormes. Il est donc inutile de chercher à trop "coller" aux données alors que celles-ci, de nature aléatoire, ne peuvent apporter qu'une information limitée et dans une zone limitée.

La forme du paramètre p a été réduite pour la même raison, bien qu'elle paraisse plus souple. Les valeurs de la température de transition p en sont par conséquent un peu surprenantes puisqu'elles sont presque identiques pour des vieillissements différents, même si les données laissaient à penser qu'elles seraient plus sensiblement différentes. L'important pour nous ici n'est pas tant de déterminer précisément la température de transition mais plutôt de prouver l'influence de la finesse de la morphologie sur la température de transition et c'est pourquoi nous nous en contentons.

Les grandeurs t , T et θ sont en réalité connues avec une petite incertitude : on connaît le temps à la minute près, la température à plus ou moins 2 ou 3

degrés près et la température d'essai à plus ou moins cinq degrés près. Une si petite erreur sur le temps n'a aucune influence dans notre modèle, mais en revanche l'incertitude sur les températures est important et mériterait d'être pris en compte. Cela demanderait d'utiliser une méthode plus sophistiquée (régression non linéaire mais avec un critère adapté, voir [Ful87]).

2.4 Conclusion

Nous avons montré qu'une part de la dispersion des mesures de résilience obtenues pour une même coulée peut s'expliquer par la variation de la finesse de morphologie. Cette part expliquée n'est valable que dans les zones de faible vieillissement.

Pour les forts vieillissements, les données, peu nombreuses, ne permettent pas au modèle de prédire la résilience avec une bonne précision, et en particulier nous ne pouvons pas décider de l'influence de la finesse de la morphologie sur la résilience pour de tels vieillissements.

3 Observations

3.1 Relation entre résilience et finesse de la morphologie

Il serait trop ambitieux de tirer une relation quantifiée entre la résilience et la morphologie, même linéaire à partir du modèle inféré sur deux zones (nous ne disposons pas de données suffisamment bien placées). On pourrait modifier dans le modèle la forme de p pour que p tienne compte linéairement de λ pour les faibles valeurs de vieillissement et qu'il n'en tienne pas compte pour les fortes valeurs de vieillissement. On ajusterait ce modèle sur toutes les zones. Mais comme c'est la dispersion aux forts vieillissement qui est importante pour connaître la durée de vie des coudes, nous arrêtons là.

Il faut cependant insister sur le fait que les données ne nous permettent pas de conclure pour ce coude à l'influence de la finesse de la morphologie sur la résilience, mais cela n'exclut pas que si l'on disposait de données supplémentaires, on puisse mettre en évidence une influence de la finesse de la morphologie sur la résilience à fort vieillissement.

3.2 Relation entre la vitesse de solidification et λ

On sait que très généralement la microstructure d'un acier est d'autant plus fine que sa vitesse de solidification est grande.

Il s'agit ici de quantifier pour notre acier cette relation, dans le but éventuel d'utiliser, dans les modèles des caractéristiques mécaniques, ce paramètre de fabrication au lieu de la variable morphologique intermédiaire λ . Nous verrons cependant que c'est trop ambitieux.

Pour cela nous disposons de trois échantillons de produits d'une même coulée (ES12, ES35, ES75), dont la seule différence de fabrication est leur épaisseur. Ceci a pour conséquence directe une différence de vitesse de solidification.

La vitesse moyenne de refroidissement à 800°C que nous noterons désormais v a été calculée par leur fabricant, et nous avons utilisé ces valeurs pour les mettre en relation avec les λ estimés sur 7 images par produit. Nos mesures $\hat{\lambda}$ pour ES12, ES35 et ES75 sont respectivement 11,3 14,0 et 17,3.

Une régression linéaire de λ sur $\log(v)$ donne un résultat satisfaisant. La droite obtenue est d'équation $\lambda = -1,65 \log(v) + 22,8$. Les intervalles de confiance dans le domaine de variation de $\log(v)$ ($[3,5; 7,5]$) à 95% sont de largeur variant de 6,66 à 6,93 (cf. figure 4.22).

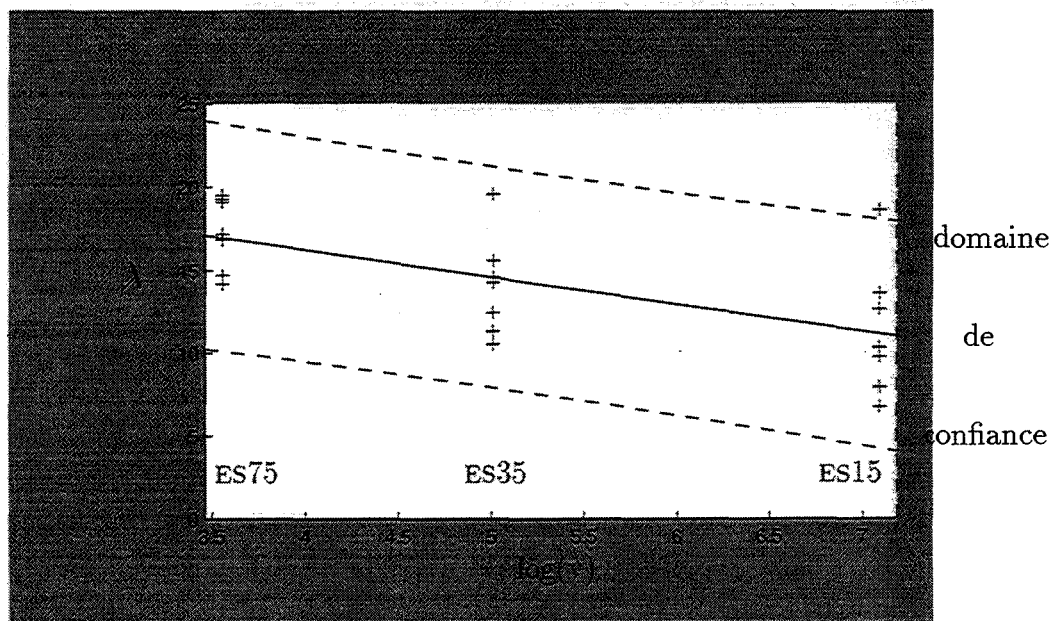


FIG. 4.22 – Droite de régression de λ sur $\log(v)$ et domaine de confiance correspondant.

Les résidus suivent bien une loi normale (hypothèse validée par le test de Kolmogorov).

Rappelons nous maintenant que les valeurs de λ des produits ES sont

dans un domaine bien distinct de celui du coude (cf. tableau 3.2). On ne saurait donc extrapoler cette "formule" dans le domaine du coude: notre relation linéaire peut être une approximation localement valide (par exemple d'une exponentielle!) mais complètement fausse si on s'éloigne trop de notre domaine de variation. Si on regardait les intervalles de confiance prévus par la régression linéaire dans le domaine du coude, leur largeur nous découragerait de notre tentative.

3.3 Relation entre le fabricant et la résilience

La dispersion des mesures de résilience à composition chimique fixée reste sans facteur morphologique explicatif. Cette dispersion est très importante (cf. figure 4.23) et pourtant nous n'avons observé aucune différence entre les morphologies de la coulée EK et celle des échantillons DL, DM. Ce sont essen-

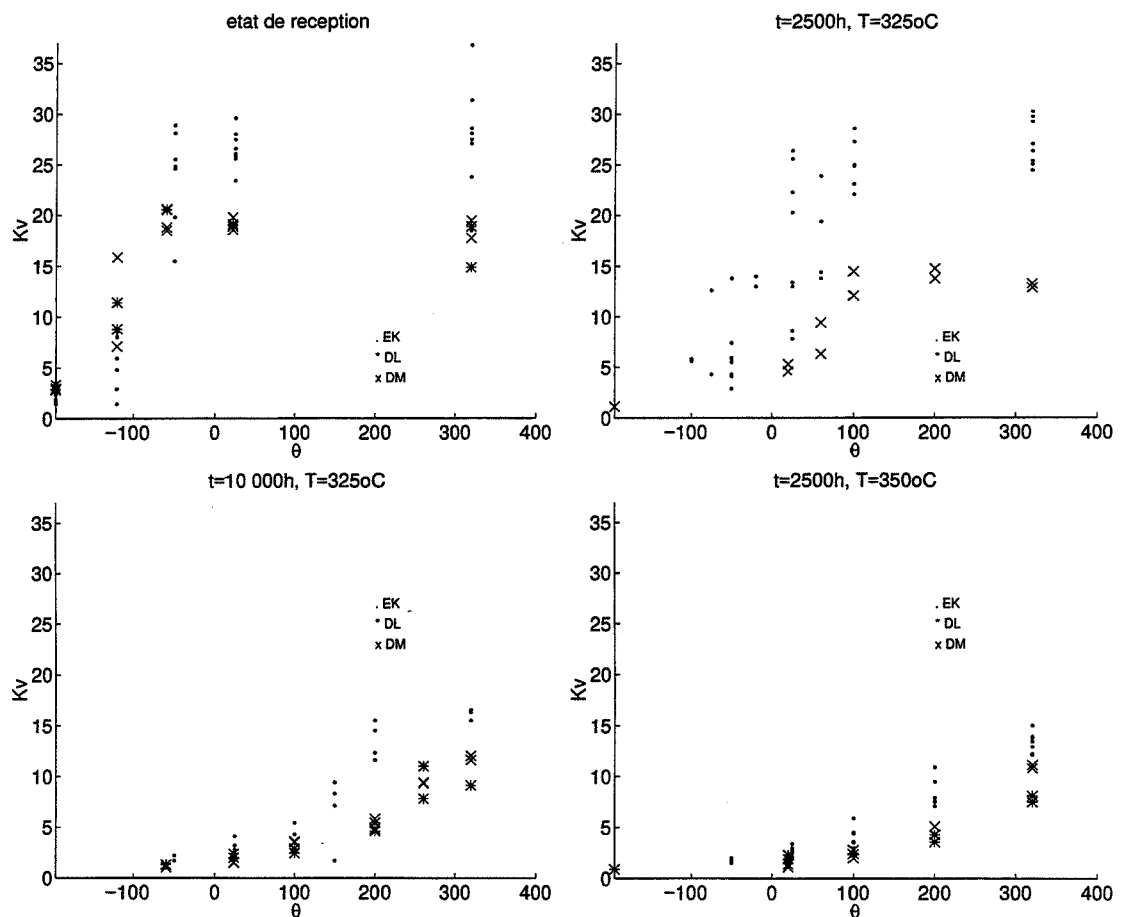


FIG. 4.23 – Mesures de résilience à différents vieillissements de EK, DL, DM.

tiellement l'amplitude (a) et la température de transition (p) qui semblent évoluer de manière particulièrement différente.

4 Conclusion

Nous avons établi que la résilience est liée à la finesse de la morphologie pour un acier peu vieilli d'une part et vérifié d'autre part que celle ci est liée à la vitesse de solidification.

Il faudrait plus de données pour les états vieillis et pour d'autres aciers pour espérer proposer un modèle quantitatif qui fasse intervenir un paramètre de taille en particulier.

Le modèle 3D que nous proposerons dans le chapitre suivant permettrait alors, une fois couplé avec le modèle de résilience, la prévision de cette résilience directement à partir de quelques paramètres mathématiques.

Chapitre 5

Modélisation de la morphologie et simulations

1 Modèle

1.1 Pourquoi un modèle?

Nous sommes partis de la constatation qu'il semble exister un lien entre la morphologie et le mode de rupture du matériau (chapitre 1), dont les modèles mécaniques ne permettent pas de rendre compte.

A partir de là, nous avons cherché à choisir des grandeurs pour représenter la morphologie du matériau, pertinentes vis à vis des observations du comportement à rupture, (chapitres 2 et 3). Nous avons mis en évidence une seule variable morphologique convenable, mesurant la finesse de la morphologie.

Puis nous avons établi un lien entre cette variable et la résilience du matériau (chapitre 4).

Nous avons évoqué dans les chapitres précédents l'utilité que pourrait avoir un modèle mathématique 3D du matériau : ce modèle pourrait permettre la prévision de la résilience en fonction des variables morphologiques et l'observation éventuelle d'une nouvelle variable morphologique 3D sur des images 3D simulées.

Nous cherchons donc maintenant à construire un modèle mathématique du matériau :

- dont les caractéristiques morphologiques (sélectionnées auparavant) se rapprochent au mieux de celles du matériau réel
- qui tienne compte également des informations qualitatives sur la genèse et sur la morphologie du matériau

- qui permette de quantifier d'autres caractéristiques morphologiques qu'on ne peut mesurer directement (par exemple, la connexité se mesure en 3D, mais pourrait se calculer à partir d'images 2D, si on établissait une relation, grâce au modèle, entre la connexité et d'autres grandeurs mesurables en 2D).

Il convient de noter que les paramètres mathématiques seront, autant que faire se peut, interprétables vis-à-vis du matériau...

1.2 Comment choisir le modèle?

Exigences fondamentales

Le modèle à construire doit respecter les observations et les mesures faites aux chapitres 2 et 3. Vu la difficulté à formuler un modèle synthétique simple de la morphologie, même une fois ses caractéristiques mises en avant, la tentation est forte de s'appuyer sur ce que l'on sait par ailleurs de la morphologie, à savoir le processus physique qui a permis d'y aboutir.

On retient donc des chapitres 2 et 3 :

- . le principe de germination croissance de l'austénite dans la ferrite, avec arrêt à une proportion connue à l'avance (qui est donnée par la température d'hypertrempe), la croissance de l'austénite se faisant avec la diminution de la température (phénomène réversible).
- . l'effet de répulsion traduit par la covariance (cf. chap. 2, 1 et 2.2.1.2). La croissance semble se faire en tenant compte de la composition de son proche voisinage.
- . l'anisotropie : la croissance semble se faire plus rapidement dans des directions privilégiées, (traduction du fait que les îlots d'austénite sont non isotropes, souvent allongés dans une même direction).
- . la variation d'échelle : la variation de la vitesse de solidification détermine l'échelle des grains (de ferrite comme d'austénite).

Remarquons que pour simplifier le problème, on concentre la modélisation de la structure biphasée pour des conditions de formation homogènes : autrement dit on se place à l'intérieur d'un sous-grain d'austénite d'un grain de ferrite. Ainsi, c'est une zone homogène de la structure biphasée que l'on cherche à simuler. Nous considérerons ensuite que chaque partie homogène d'un grain est une partie d'un matériau infini qui aurait ces caractéristiques. Nous modéliserons alors un matériau homogène, et pour bien faire il faudrait ensuite considérer le matériau comme juxtaposition de fragments de divers

matériaux - représentatifs du même précédent modèle -. Nous verrons pourquoi nous pouvons nous contenter en théorie d'une partie, à condition qu'elle puisse être considérée comme représentative empiriquement, grâce au choix d'un modèle mathématique adapté à ces exigences.

Exigences mathématiques

Le modèle à construire doit pouvoir être validé, il faut vérifier que le modèle respecte la réalité au delà des observations et mesures, forcément partielles : il faudra de bonnes propriétés au modèle, pour qu'on puisse ajuster ses paramètres à partir d'une information réduite sans détruire la richesse potentielle du modèle qui doit être dévouée à la représentation de la variabilité du matériau. C'est pourquoi nous aurons recours à un modèle de type probabiliste.

On voudrait, à partir de quelques images par exemple, tirer des renseignements sur tout le matériau : on suppose la représentativité de ces images. Pour le modèle il devra en être évidemment de même. C'est pourquoi nous parlerons pour le modèle de propriétés de stationnarité, et d'ergodicité.

1.3 Quel objet mathématique pour le modèle?

Nous avons choisi une chaîne de Markov pour plusieurs bonnes raisons :

- C'est un objet probabiliste,
 - . il permet donc de rendre compte de la variabilité des aspects de la morphologie du matériau, qu'on ne sait pas caractériser plus simplement.
 - . il s'adapte aux exigences d'adéquation modèle - réalité : l'estimation et la validation des paramètres du modèle se feront naturellement par inférence statistique à partir des mesures du I.

– Rappelons ce qu'est une chaîne de Markov :

Définition 1 *Un processus à temps discret $(X_n)_{n \in \mathbb{N}}$ défini sur un espace probabilisé (Ω, \mathcal{F}, P) et à valeurs dans (E, \mathcal{E}) espace mesurable, est appelé chaîne de Markov si :*

$$\forall A \in \mathcal{E}, \forall n \geq 0, P(X_{n+1} \in A \mid X_0, \dots, X_n) = P(X_{n+1} \in A \mid X_n) \text{ P.p.s.}$$

Autrement dit l'état du processus à l'instant $n + 1$ ne dépend que de son état à l'instant précédent, et pas de la trajectoire qui l'a fait arriver à cet état à l'instant n .

Une chaîne de Markov est de plus dite **homogène** si $P(X_{n+1} \in A \mid X_n)$ ne dépend pas de n . Autrement dit la probabilité de passage d'un état à un autre ne dépend pas de l'instant auquel il se fait.

On peut encore définir une chaîne de Markov homogène directement sous la forme :

Définition 2 *Un processus à temps discret $(X_n)_{n \in \mathbb{N}}$ à valeurs dans (E, \mathcal{E}) espace mesurable, est appelé chaîne de Markov homogène de noyau de transition \mathcal{K} et de loi initiale ν si :*

$$\begin{aligned} P(X_0 \in A) &= \nu(A), \quad \forall A \in \mathcal{E} \\ P(X_{n+1} \in A \mid X_0, X_1, \dots, X_n) &= P(X_{n+1} \in A \mid X_n) \\ &= \mathcal{K}(X_n, A), \quad \forall n \geq 0, \quad \forall A \in \mathcal{E} \end{aligned}$$

Remarques :

. ν est la loi de X_0

.L'usage veut que l'on note P_ν la loi du processus $X = (X_n)_{n \in \mathbb{N}}$ (c'est la mesure image de P par X et on identifiera dans ce qui suit P et P_ν).

.On notera la loi de X_n : μ_{X_n}

.Le noyau \mathcal{K} détermine la loi conditionnelle de X_{n+1} sachant $X_n = x$:

$$\mathcal{K}(x, A) = P(X_{n+1} \in A \mid X_n = x)$$

En tant que probabilité conditionnelle, $\mathcal{K}(\cdot, \cdot) : (E \times \mathcal{E}) \mapsto [0, 1]$ vérifie :

- (I) $\forall A \in \mathcal{E}, x \in E \mapsto \mathcal{K}(x, A)$ est \mathcal{E} -mesurable
- (II) $\forall x \in E, A \in \mathcal{E} \mapsto \mathcal{K}(x, A)$ est une probabilité sur \mathcal{E} .

Réciproquement, on sait par ailleurs que :

Il suffit pour définir une chaîne de Markov de se donner une loi initiale et un noyau de transition sur des espaces convenables, c'est à dire une probabilité ν sur (E, \mathcal{E}) et une application $\mathcal{K}(\cdot, \cdot)$ vérifiant (I) et (II).

- Cet objet mathématique s'adapte bien aux exigences :

$(X_n)_{n \in \mathbb{N}}$ sera une chaîne de Markov **homogène**, de loi P_ν , définie par une loi initiale ν et un noyau de transition \mathcal{K} .

ν représentera la loi d'apparition des germes d'austénite au temps 0 de croissance.

\mathcal{K} représentera la loi d'évolution éventuelle de la ferrite en austénite d'un instant à l'instant suivant.

L'expression de \mathcal{K} sera construite à partir de la loi d'évolution éventuelle d'un point de ferrite en austénite d'un instant à l'instant suivant, qui dépendra de l'état précédent uniquement.

- Plus précisément :

- . on va modéliser la croissance de l'austénite fonction de la température T par une extension de l'austénite fonction du temps. (On fait une équivalence temps température ($t = -aT + b$) en se déplaçant dans les temps croissant, on aura perdu la réversibilité du phénomène, qui ne nous intéresse pas). La simulation à partir du modèle de la genèse pas à pas sera donc la représentation du matériau aux températures décroissant.
- . l'effet de répulsion sera traduit par la loi de croissance d'un point, dépendant de son voisinage (et pas du temps).
(On a choisi une chaîne homogène pour simplifier, mais une modélisation plus fine devrait supposer une chaîne inhomogène, c'est à dire une loi de croissance d'un point dépendant du temps, comme en réalité la vitesse de croissance d'un germe dépend de la température à laquelle elle se fait.)
- . de manière anisotrope et avec un choix d'échelle
- . et on arrête la croissance lorsque la proportion voulue d'austénite est atteinte (et la théorie permet de manipuler l'objet mathématique qui est derrière cet arrêt aléatoire) : c'est l'hypertrempe.

- Il s'adapte de plus aux exigences mathématiques : on démontrera les propriétés nécessaires à l'inférence statistique de stationnarité et d'ergodicité.

Remarque : Nous avons choisi de tenir compte de l'effet de répulsion dans la loi de germination, mais de ne pas prendre en compte la configuration initiale réelle des germes d'austénite en amas (voir chap. 2 2.2.2) au lieu de points. Ceci augmenterait le nombre de paramètres à introduire dans le modèle, ce qui va à l'encontre du souci "d'économie" qui a dirigé notre modélisation vers l'aléatoire. Nous ne connaissons pas assez bien la croissance de l'austénite dans la ferrite pour compliquer le modèle.

1.4 Le modèle

- On représente le matériau discrétisé en 3D comme suit :

Un point de \mathbb{Z}^3 sera à l'état :

1 pour représenter l'**austénite**.

0 pour représenter la **ferrite**.

L'espace d'état d'un point est donc $\{0, 1\}$.

L'espace d'état du matériau est donc $\{0, 1\}^{\mathbb{Z}^3}$, ensemble des applications de \mathbb{Z}^3 dans $\{0, 1\}$. On notera $E = \{0, 1\}^{\mathbb{Z}^3}$.

- On modélise la fonction d'état du matériau au temps n par $(X_n(x))_{x \in \mathbb{Z}^3}$, processus spatial (suite de variables aléatoires indexée par une variable d'espace, ici x dans \mathbb{Z}^3), où $\forall n$, X_n est à valeurs dans E , qu'on munit de sa tribu cylindrique $\mathcal{E} = (\mathcal{P}\{0, 1\})^{\otimes \mathbb{Z}^3}$.

1.4.1 Construction du modèle

On se donne une chaîne de Markov homogène $(X_n)_{n \in \mathbb{N}}$. On sait (cf une remarque du paragraphe 1.3 précédent) qu'elle est entièrement déterminée par le choix d'une loi initiale ν sur (E, \mathcal{E}) et d'une application $\mathcal{K}(\cdot, \cdot)$ de (E, \mathcal{E}) dans $[0, 1]$ qui soit un noyau de transition, c'est à dire vérifiant les propriétés (I) et (II).

- ν sa loi initiale
- \mathcal{K} son noyau de transition

où $\forall n \in \mathbb{N}$, X_n est un processus spatial : $X_n : x \in \mathbb{Z}^3 \mapsto X_n(x) \in \{0, 1\}$

Il reste à expliciter ν et \mathcal{K} :

- la loi initiale ν :

ν est la loi du processus X_0 , on choisit :

$(X_0(x))_{x \in \mathbb{Z}^3}$ variables aléatoires de même loi \mathcal{H}_{r, p_0} d'intensité p_0 , loi des points d'un processus de hard-core¹ (voir [Mat60], [Mec85]).

Ce processus spatial de points est obtenu simplement à partir d'un processus spatial de points de Poisson : les points du processus de hard-core que nous prendrons pour germes sont les points du processus de Poisson éloignés de leur plus proche voisin d'une distance minimale r .

1. Les calculs, en particulier de loi sur de tels processus sont très difficiles, nous ne savons pas expliciter \mathcal{H}_{r, p_0} .

Autrement dit, on suppose que les germes apparaissent en proportion p_0 , indépendamment de leur position, mais pas indépendamment les uns des autres : la distance minimale entre les germes est r .

- le noyau de transition \mathcal{K} :

On définit :

$$\mathcal{K} : E \times \mathcal{E} \rightarrow [0, 1]$$

$$(e, A) \mapsto \mathcal{K}(e, A) = \left(\bigotimes_{x \in \mathbb{Z}^3} K_e^x \right)(A)$$

où $\forall x \in \mathbb{Z}^3, K_e^x : \mathcal{P}(\{0, 1\}) \rightarrow [0, 1]$ est une loi de Bernoulli $\mathcal{B}_{p_e(x)}$ de paramètre $p_e(x) = K_e^x(\{1\})$

Autrement dit la loi d'évolution d'un point conditionnelle ne dépend que de sa position et de l'état du matériau à l'instant précédent.

Il reste à vérifier que $(X_n)_{n \in \mathbb{N}}$ ainsi définie est bien une chaîne de Markov homogène.

\mathcal{K} doit vérifier les propriétés (I) et (II) vues en 1.3 :

Cela revient en fait à supposer pour $p_e(x)$ la mesurabilité en e et l'invariance par translation en x . Nous allons donc pour l'instant nous contenter des propriétés suivantes sans faire encore notre choix d'une expression mathématique précise.

Propriétés de $p_e(x)$: il sera défini de manière à ce que :

$$(i) \quad (E, \mathcal{E}) \rightarrow [0, 1]$$

$e \mapsto p_e(x)$ soit mesurable et

$$(ii) \quad \forall h \in \mathbb{Z}^3, p_{T_h e}(x + h) = p_e(x) \text{ où } T_h e(x + h) = e(x), T_h \text{ translation dans } \mathbb{Z}^3.$$

La première propriété correspond à des nécessités purement théoriques, alors que la seconde signifie que la loi d'évolution d'un point est la même, toutes choses égales par ailleurs, en tout point.

Remarques importantes

- Comme $K_e^x(1) = p_e(x)$, (ii) signifie que $\forall x \in \mathbb{Z}^3, K_{T_h e}^{x+h} = K_e^x$ et $K_e^x(1) = p_e(x) = p_{T_{-x} e}(0)$. on notera désormais $K_e^x = K_{T_{-x} e}$. $\varepsilon \in \{0, 1\}, K_{T_{-x} e}(\{\varepsilon\}) = P_\nu(X_{n+1}(x) = \varepsilon / X_n = e)$.

Avec (ii),

- \mathcal{E} est engendrée par les cylindres de la forme :

$$A_n = \{\{0, 1\}^{\mathbb{Z}^3 - \{x_1, \dots, x_n\}} \times \{\varepsilon_1\}^{\{x_1\}} \dots \times \{\varepsilon_n\}^{\{x_n\}} \text{ ou encore :}$$

$$A_n = \{e \in E, e(x_1) = \varepsilon_1, \dots, e(x_n) = \varepsilon_n\} \text{ où } \forall i, \varepsilon_i \in E.$$

$$\mathcal{K}(e, A_n) \text{ s'écrit alors } \mathcal{K}(e, A_n) = \left(\bigotimes_{x \in \{x_1, \dots, x_n\}} K_{T_{-x}e} \right)(A) = \prod_{i \in \{1, \dots, n\}} (K_{T_{-x_i}e}(\{\varepsilon_i\}))$$

Consolidons dès maintenant le modèle en montrant que \mathcal{K} satisfait de plus (I) et (II) : il reste à montrer la propriété (I), car (II) découle des contraintes sur $p_e(x)$.

Mesurabilité

On cherche à montrer $\forall A \in \mathcal{E}, \mathcal{K}(\cdot, A)$ mesurable.

Les grandes lignes de la démonstration :

1. On montre la mesurabilité sur un π -système \mathcal{A} (stable par intersection finie) qui engendre \mathcal{E} . On choisit \mathcal{A} si possible qui donne une expression de \mathcal{K} facile à manipuler. L'ensemble des cylindres A_n ci-dessus conviendra.

2. On définit la classe monotone $\mathcal{M} = \{A \in \mathcal{E}, \mathcal{K}(\cdot, A) \text{ mesurable}\}$, (ce qu'on voudrait, c'est trouver que $\mathcal{M} = \mathcal{E}$).

On remarque : $\mathcal{A} \subset \mathcal{M}$ et \mathcal{A} stable par intersection finie.

Soit $\mathcal{C}(\mathcal{A})$ la classe monotone engendrée par \mathcal{A} , on a $\mathcal{C}(\mathcal{A}) \subset \mathcal{M}$.

On utilise alors le théorème de la classe monotone qui dit que $\mathcal{C}(\mathcal{A}) = \sigma(\mathcal{A})$ où $\sigma(\mathcal{A})$ est la tribu engendrée par \mathcal{A} , autrement dit ici \mathcal{E} .

Or $\mathcal{M} \subset \mathcal{E}$, donc finalement $\mathcal{M} = \mathcal{E}$.

En conclusion, $\forall A \in \mathcal{E}, \mathcal{K}(\cdot, A)$ mesurable.

Rentrons dans les détails :

1. On doit montrer la mesurabilité pour le π -système \mathcal{A} :

$$\mathcal{A} = \emptyset \cup \{A \in \mathcal{E}, (\exists n \in \mathbb{N}, (x_i)_{1 \leq i \leq n} \in (\mathbb{Z}^3)^n), A = \{0, 1\}^{\mathbb{Z}^3 - \{x_1, \dots, x_n\}} \times \{\varepsilon_1\}^{\{x_1\}} \dots \times \{\varepsilon_n\}^{\{x_n\}}\}$$

où $\forall i, \varepsilon_i \in \{0, 1\}$. Remarquons qu'on peut encore décomposer le problème :

on a vu en effet que pour $A_n = \{e \in E, e(x_1) = \varepsilon_1, \dots, e(x_n) = \varepsilon_n\} \in \mathcal{A}$,

$$\mathcal{K}(e, A_n) = \prod_{i \in \{1, \dots, n\}} (K_{T_{-x_i}e}(\{\varepsilon_i\})).$$

On peut donc se restreindre à la mesurabilité sur les cylindres de la forme : $\{0, 1\}^{\mathbb{Z}^3 - \{x\}} \times \{\varepsilon\}^{\{x\}}$, où $\varepsilon \in \{0, 1\}$ et on aura la mesurabilité désirée comme produit de mesurables.

Soit donc un cylindre, pour x quelconque de \mathbb{Z}^3 , de la forme :

$$A = \{e \in E, e(x) = \varepsilon\}, \text{ où } \varepsilon \in \{0, 1\}.$$

Il reste à montrer que $e \mapsto \mathcal{K}(e, A) = K_{T_{-x}e}(\{\varepsilon\})$ mesurable. Or

$K_{T_{-x}e}(\{1\}) = p_e(x)$ et $K_{T_{-x}e}(\{1\}) = 1 - p_e(x)$ ($K_{T_{-x}e}$ est une Bernoulli de paramètre $p_e(x)$). Comme on a imposé la mesurabilité à $p_e(x)$, c'est réglé.

2. Montrons maintenant que \mathcal{M} définie ci-dessus $\mathcal{M} = \{A \in \mathcal{E}, \mathcal{K}(\cdot, A) \text{ mesurable}\}$ est bien une classe monotone :

on a :

(i) $E \in \mathcal{M}$ car $\mathcal{K}(\cdot, E) = 1$ est mesurable.

En effet $\forall e \in E, \mathcal{K}(e, \cdot)$ est une probabilité donc $\mathcal{K}(e, E) = 1$.

(ii) $\forall A, B \in \mathcal{M}^2, A \subset B, \mathcal{K}(\cdot, A - B) = \mathcal{K}(\cdot, B) - \mathcal{K}(\cdot, A)$ est mesurable d'où $A - B \in \mathcal{M}$.

(iii) $\forall (A_n)_{n \in \mathbb{N}}$ croissante $\in \mathcal{M}^{\mathbb{N}}, \mathcal{K}(\cdot, \bigcup_{n \in \mathbb{N}} A_n)$ mesurable d'où $\bigcup_{n \in \mathbb{N}} A_n \in \mathcal{M}$.

En effet $\mathcal{K}(\cdot, \bigcup_{n \in \mathbb{N}} A_n) = \sup_n \mathcal{K}(\cdot, A_n)$ est un sup de fonctions mesurables donc mesurable.

Nous laissons toujours pour plus tard le choix de l'expression précise de $p_e(x)$.

1.4.2 Des propriétés du modèle

Nous avons évoqué la nécessité pour le bon emploi du modèle, qu'il ait les propriétés de stationnarité et d'ergodicité. En effet pour estimer les paramètres du modèle, et pour le valider, on utilisera les renseignements (mesures obtenues par analyse d'image) que fournissent les données, c'est à dire les images, en quantité restreinte, et il faut donc justifier que des données, limitées spatialement et rares en quantité, puissent suffire à **représenter fidèlement tout le matériau**.

En réalité si on observe le matériau, on constate que les observations (sous forme d'images) se ressemblent dans leur variabilité : quelques images suffisent à la décrire. On exige donc du modèle la même propriété de représentativité.

On se rend compte que cette exigence est en fait double : dire que quelques images sont représentatives du matériau, c'est dire à la fois que si on prenait des images plus grandes, on n'en saurait guère plus, et que si on prenait des images pour d'autres morceaux du matériau (élaboré dans les mêmes conditions physiques et chimiques), on n'apprendrait rien de fondamental.

La stationnarité :

La première exigence, d'homogénéité spatiale se traduit sur le modèle par la propriété de stationnarité :

Mathématiquement, la stationnarité d'un processus spatial, c'est l'invariance par translation de sa loi.

Cela se traduit ici par : le processus se reproduit identiquement à lui-même dans toutes les régions de l'espace, autrement dit encore, en parcourant l'espace, on rencontre différentes réalisations de la même loi.

L'ergodicité La deuxième exigence, de ressemblance globale, se traduit sur le modèle par la propriété d'ergodicité :

Mathématiquement, l'ergodicité, c'est la possibilité de connaître la loi du processus spatial $(X(x))_{x \in \mathbb{Z}^3}$, en l'observant sur des domaines de plus en plus grands tendant vers \mathbb{Z}^3 .

Autrement dit, en parcourant l'espace d'une réalisation, on rencontrera les types de configurations de morphologie que l'on rencontrerait sur d'autres réalisations. Toute l'information que nous pourrions tirer de l'observation de plusieurs matériaux (identiquement fabriqués), dans toutes leurs configurations de morphologies, sera considérée comme bien représentée par l'observation d'un seul. L'inférence statistique sera possible à partir d'une seule image assez grande.

En conclusion, avec ces deux propriétés, nous pourrions nous contenter de quelques images considérées comme représentatives pour l'inférence statistique.

Montrons maintenant que le modèle assure ces propriétés :

1.4.2.1 Stationnarité Par définition, $X_n = (X_n(x))_{x \in \mathbb{Z}^3}$ est la réalisation canonique sur (E, \mathcal{E}) d'un processus stationnaire si avec $P = \mu_{X_n}$, loi de X_n sur E et $T_h : x \mapsto x + h$ translation de vecteur h dans \mathbb{Z}^3 , on a $T_h(P) = P$ c'est à dire $\forall A \in \mathcal{E}, P(T_h^{-1}(A)) = P(A)$, c'est à dire en termes du processus $X_n : P(T_h X_n \in A) = P(X_n \in A)$.

La stationnarité d'un processus, c'est l'invariance par translation de sa loi.

On montre la stationnarité des X_n par récurrence.

- On a X_0 de loi ν stationnaire car $(X_0(x))_{x \in \mathbb{Z}^3}$ sont issus d'un processus de hard-core, processus spatial stationnaire, voir [Mat60].
- Supposons $\forall n$ fixé $\in \mathbb{N}$, $(\forall m \leq n, (X_m)_{0 \leq m \leq n}$ stationnaire)

Autrement dit,

$$\forall A \in \mathcal{E}, \mu_{X_n}(T_h^{-1}(A)) = \mu_{X_n}(A) \text{ c'est à dire :}$$

$$\forall A \in \mathcal{E}, P_\nu(T_h X_n \in A) = P_\nu(X_n \in A).$$

- Montrons que X_{n+1} vérifie également :

$$\forall h \in \mathbb{Z}^3, \forall A \in \mathcal{E}, P_\nu(T_h X_{n+1} \in A) = P_\nu(X_{n+1} \in A)$$

Comme pour la mesurabilité, on se restreint au π -système \mathcal{A} des cylindres de \mathcal{E} de la forme $\{e \in E, e(x_1) = \varepsilon_1, \dots, e(x_n) = \varepsilon_n\}$ où $\forall i, \varepsilon_i \in \{0, 1\}$. On va montrer que les deux probabilités μ_{X_n} et $T_h \mu_{X_n}$ lois de $(X_n(x))_x$ et $(X_n(x+h))_x$ coïncident sur \mathcal{A} π -système de \mathcal{E} donc sur \mathcal{E} (en vertu du théorème de l'unicité du prolongement.)

Donc on cherche à montrer :

$$\forall h \in \mathbb{Z}^3, \forall p \in \mathbb{N}, \forall (x_i)_{1 \leq i \leq p} \in (\mathbb{Z}^3)^p, \forall (\varepsilon_i)_{1 \leq i \leq p} \in \{0, 1\}^p,$$

$$P_\nu(X_{n+1}(x_1+h) = \varepsilon_1, \dots, X_{n+1}(x_p+h) = \varepsilon_p) = P_\nu(X_{n+1}(x_1) = \varepsilon_1, \dots, X_{n+1}(x_p) = \varepsilon_p)$$

$$\text{Or } P_\nu(X_{n+1}(x_1+h) = \varepsilon_1, \dots, X_{n+1}(x_p+h) = \varepsilon_p)$$

$$= \int_E P_\nu(X_{n+1}(x_1+h) = \varepsilon_1, \dots, X_{n+1}(x_p+h) = \varepsilon_p) \mid X_n = e \, d\mu_{X_n}(e)$$

$$= \int_E \prod_{1 \leq i \leq n} K_{T_{-x_i-h}e}(\{\varepsilon_i\}) \, d\mu_{X_n}(e)$$

$$= \int_E \prod_{1 \leq i \leq n} K_{T_{-x_i}T_{-h}e}(\{\varepsilon_i\}) \, d\mu_{X_n}(e)$$

$$= \int_{T_h E} \prod_{1 \leq i \leq n} K_{T_{-x_i}e'}(\{\varepsilon_i\}) \, d(T_h \mu_{X_n})(e').$$

Par un changement de variables $e' = T_{-h}e$, c'est à dire

$\forall x \in \mathbb{Z}^3, e'(x) = e(x-h)$, E ensemble de toutes les e est évidemment invariant et $d\mu_{X_n}$ l'est également d'après l'hypothèse de récurrence donc on arrive à :

$$P_\nu(X_{n+1}(x_1+h) = \varepsilon_1, \dots, X_{n+1}(x_p+h) = \varepsilon_p) = \int_E \prod_{1 \leq i \leq n} K_{T_{-x_i}e'}(\{\varepsilon_i\}) \, d\mu_{X_n}(e')$$

d'où finalement :

$$P_\nu(X_{n+1}(x_1+h) = \varepsilon_1, \dots, X_{n+1}(x_p+h) = \varepsilon_p) = P_\nu(X_{n+1}(x_1) = \varepsilon_1, \dots, X_{n+1}(x_p) = \varepsilon_p)$$

. Donc $\forall n \in \mathbb{N}$, X_n est stationnaire.

1.4.2.2 Ergodicité La propriété d'ergodicité pour un processus spatial X_n mène à connaître la loi de X_n grâce à l'observation d'une seule réalisation de X_n sur un domaine très grand.

C'est l'ergodicité de la chaîne de Markov arrêtée, que nous préciserons plus loin (voir 1.4.4), qui nous intéresse in fine, mais nous nous contenterons ici de prouver l'ergodicité de chaque processus X_n . L'ergodicité du processus arrêté en découlera simplement (voir 1.4.4).

Nous commencerons par définir l'ergodicité, puis nous indiquerons comment nous nous servirons des théorèmes ergodiques adaptés à notre cas pour vérifier ensuite cette ergodicité.

Définitions Nous donnons ici la définition mathématique de l'ergodicité pour nos processus spatiaux X_n de la chaîne de Markov $X = (X_n(x))_{x \in \mathbb{Z}^3}$, chaîne de processus spatiaux de \mathbb{Z}^3 dans $E = \{0, 1\}^{\mathbb{Z}^3}$, la tribu cylindrique de E est \mathcal{E} . Rappelons que les X_n sont stationnaires : la loi P_ν est invariante pour les translations T_h , $h \in \mathbb{Z}^3$.

Définition 3 \mathcal{I} , la tribu des invariants est définie par :

$$\mathcal{I} = \{A \in \mathcal{E}, \forall h \in \mathbb{Z}^3, T_h(A) = A\}$$

Définition 4 Un processus stationnaire Y de loi P_ν est dit ergodique si \mathcal{I} est triviale, c'est à dire : si $\forall I \in \mathcal{I}$, $P_\nu(I) = 0$ ou 1.

C'est surtout le théorème ergodique 1, et ses corollaires 1 et 1' qui nous donneront la bonne propriété qui nous intéresse, comme nous l'avons énoncé plus haut : on veut pouvoir connaître la loi du processus spatial $(X_n(x))_{x \in \mathbb{Z}^3}$, simplement en l'observant sur des domaines de plus en plus grands tendant vers \mathbb{Z}^3 .

Théorèmes Pour montrer l'ergodicité de chacun des X_n , nous allons utiliser les théorèmes ergodiques pour les systèmes dynamiques généraux de Tempel'man [Tem72] adaptés à notre cas particulier : nos processus stationnaires sont définis de \mathbb{Z}^3 dans E , et pour la convergence, on prendra une suite bien particulière de convexes de \mathbb{Z}^3 croissante et de diamètre tendant vers l'infini, $(n\mathcal{B})_{n \in \mathbb{N}}$ où \mathcal{B} est la boule (cube usuel de côté 1) de centre 0 et de rayon 1 pour la norme $\|\cdot\|_\infty$: $x = (x_1, x_2, x_3) \in \mathbb{Z}^3 \rightarrow \|x\|_\infty = \sup\{|x_1|, |x_2|, |x_3|\}$. Pour des conditions sur la façon dont les parties doivent tendre vers ∞ , voir [Tem72].

Notation : nous noterons par la suite pour alléger l'écriture Y un X_n quelconque.

Le premier théorème et surtout son corollaire, en convergence p.s., sont ceux qui assurent au mieux la propriété d'ergodicité telle que nous en avons besoin. Le deuxième théorème et son corollaire nous seront par contre très utiles dans les étapes intermédiaires de la démonstration.

Théorème 1 Théorème ergodique p.s. ([Tem72], p. 120) :

$$\forall f \in L^1, \frac{1}{\text{card } n\mathcal{B}} \sum_{h \in n\mathcal{B}} f(T_h(Y)) \xrightarrow[n \rightarrow \infty]{p.s.} E_\nu(f(Y) | \mathcal{I})$$

(voir [Bre92] pour la définition de l'espérance conditionnelle $E_\nu(\cdot | \mathcal{I})$).

Théorème 2 *Théorème ergodique L^2 : ([Tem72], p. 122)*

$$\forall f \in L^2, \frac{1}{\text{card}n\mathcal{B}} \sum_{h \in n\mathcal{B}} f(T_h(Y)) \xrightarrow[n \rightarrow \infty]{L^2} E_\nu(f(Y) \mid \mathcal{I})$$

Corollaire 1

Si \mathcal{I} est triviale, $\forall f \in L^1$, $\frac{1}{\text{card}n\mathcal{B}} \sum_{h \in n\mathcal{B}} f(T_h(Y)) \xrightarrow[n \rightarrow \infty]{p.s.} E_\nu(f(Y))$

Corollaire 2

Si \mathcal{I} est triviale,

$$\forall f \in L^2, \frac{1}{\text{card}n\mathcal{B}} \sum_{h \in n\mathcal{B}} f(T_h(Y)) \xrightarrow[n \rightarrow \infty]{L^2} E_\nu(f(Y)). \quad (5.1)$$

La relation (5.1) du corollaire 2 peut encore s'écrire en explicitant la norme L^2 :

$$\forall f \in L^2, \frac{1}{\text{card}n\mathcal{B}} \sum_{h,k \in n\mathcal{B}^2} E_\nu(f(T_h(Y))f(T_k(Y))) \xrightarrow[n \rightarrow \infty]{} E_\nu(f(Y)) \quad (5.2)$$

Nous utiliserons les théorèmes et corollaires d'ergodicité la plupart du temps sous une forme un peu plus particulière, en remplaçant f par une fonction indicatrice; cette expression sera plus facilement interprétable.

Corollaire 1'

Si \mathcal{I} est triviale,

$$\forall A \in \mathcal{E}, \frac{1}{\text{card}n\mathcal{B}} \sum_{h \in n\mathcal{B}} 1_{T_h A}(Y) \xrightarrow[n \rightarrow \infty]{p.s.} P_\nu(Y \in A). \quad (5.3)$$

Interprétation : Si \mathcal{I} est triviale, on peut accéder facilement à la loi de Y par simulation: $\forall A \in \mathcal{E}, P_\nu(Y \in A)$. Prenons l'exemple du cylindre $A_0 = \{e, e(0) = \varepsilon \in \{0,1\}\}$, et voyons comment évaluer expérimentalement la probabilité $P_\nu(Y \in A)$. On a $T_h A_0 = \{e, e(h) = \varepsilon\}$ et donc $1_{T_h A_0}(Y) = 1_{A_0}(Y(h))$. Le théorème signifie donc que pour approcher la probabilité que Y au point 0 prenne la valeur ε , il suffit de compter la proportion des valeurs de Y égales à ε , valeurs de Y prises aux points h dans un cube d'arête n assez grande: $P_\nu(Y(0) \in \{\varepsilon\}) \approx \frac{1}{\text{card}n\mathcal{B}} \sum_{h \in n\mathcal{B}} 1_{\{\varepsilon\}}(Y(h))$.

Corollaire 2'

Si \mathcal{I} est triviale,

$$\forall A \in \mathcal{E}, \frac{1}{\text{card}n\mathcal{B}} \sum_{h \in n\mathcal{B}} 1_{T_h A}(Y) \xrightarrow[n \rightarrow \infty]{L^2} P_\nu(Y \in A). \quad (5.4)$$

La relation (5.4) du corollaire 2' peut encore s'écrire en explicitant la norme L^2 :

$$\forall A \in \mathcal{E}, \frac{1}{(\text{card} n\mathcal{B})^2} \sum_{h,k \in n\mathcal{B}^2} P_\nu(Y \in T_h A \cap T_k A) \xrightarrow[n \rightarrow \infty]{} P_\nu(Y \in A)^2. \quad (5.5)$$

(5.4) signifie de l'indépendance asymptotique, et le théorème ergodique se rapproche de la loi des grands nombres.

Pour établir l'ergodicité de nos processus X_n , nous utiliserons dans ce qui suit le critère (5.3) ou son équivalent (5.4), puis nous montrerons l'ergodicité des X_n par récurrence².

Remarque: la condition (5.4) est en fait équivalente à l'ergodicité du processus. Montrons en effet que: (5.4) $\Rightarrow \mathcal{I}$ triviale, c'est à dire :

$$\forall A \in \mathcal{E}, \frac{1}{\text{card} n\mathcal{B}} \sum_{h \in n\mathcal{B}} 1_{T_h A}(Y) \xrightarrow[n \rightarrow \infty]{L^2} P_\nu(Y \in A) \Rightarrow \mathcal{I} \text{ triviale.}$$

Soit I invariant quelconque de \mathcal{I} , (5.4) appliqué à I (car $\mathcal{I} \subset \mathcal{E}$) donne :

$$\forall I \in \mathcal{E}, \frac{1}{\text{card} n\mathcal{B}} \sum_{h \in n\mathcal{B}} 1_{T_h I}(Y) \xrightarrow[n \rightarrow \infty]{L^2} P_\nu(Y \in I).$$

Or d'autre part, $I \in \mathcal{I} \Rightarrow \forall h \in \mathbb{Z}^3, T_h I = I$, donc

$$\frac{1}{\text{card} n\mathcal{B}} \sum_{h \in n\mathcal{B}} 1_{T_h I}(Y) = \frac{1}{\text{card} n\mathcal{B}} \sum_{h \in n\mathcal{B}} 1_I(Y) = 1_I(Y).$$

On conclut que $\frac{1}{\text{card} n\mathcal{B}} \sum_{h \in n\mathcal{B}} 1_{T_h I}(Y) \xrightarrow[n \rightarrow \infty]{p.s.} 1_I(Y)$, d'où $P_\nu(Y \in I) \xrightarrow[n \rightarrow \infty]{p.s.} 1_I(Y)$

donc $P_\nu(Y \in I) \in \{0, 1\}$.

Proposition 1

$$X \text{ ergodique} \Leftrightarrow (5.4) \Leftrightarrow (5.5)$$

Récurrence

Les principes de la démonstration :

- On montre qu'il suffit d'établir l'expression de l'ergodicité d'abord sur les cylindres du π -système \mathcal{A} en passant par les cylindres élémentaires. $A_x = \{e \in E, e(x) = \varepsilon\}$ où $\varepsilon \in \{0, 1\}$.
- On montre l'ergodicité des X_n par récurrence sur les cylindres.

2. l'idée de la récurrence est naturelle puisque $(X_n)_n$ est une chaîne de Markov.

Une remarque pour alléger la démonstration de la propriété d'ergodicité dans la récurrence: un cylindre A de \mathcal{A} s'obtient simplement à partir des cylindres élémentaires par intersection:

Si $A \in \mathcal{A}$ s'écrit $\{e \in E, e(x_1) = \varepsilon_1, \dots, e(x_p) = \varepsilon_p\}$, où $\forall i, \varepsilon_i \in \{0, 1\}$, on a $A = \bigcap_{1 \leq i \leq p} A_{x_i}$.

Démonstration:

- On commence par montrer qu'il suffit de prouver (5.4) pour les cylindres en établissant le lemme suivant:

Lemme 1 *Si la relation suivante est satisfaite:*

$$\forall A \in \mathcal{A}, \frac{1}{\text{card} n\mathcal{B}} \sum_{h \in n\mathcal{B}} 1_{T_h A}(Y) \xrightarrow[n \rightarrow \infty]{L^2} P_\nu(Y \in A) \quad (5.6)$$

alors Y est ergodique.

Preuve du lemme 1: Montrons que la relation (5.6) est valable pour A quelconque de \mathcal{E} , c'est à dire que (5.3) est vérifiée. Nous utiliserons pour cela le théorème de la classe monotone.

Soit $\mathcal{M} = \{A \in \mathcal{E}, \frac{1}{\text{card} n\mathcal{B}} \sum_{h \in n\mathcal{B}} 1_{T_h A}(Y) \xrightarrow[n \rightarrow \infty]{L^2} P_\nu(Y \in A)\}$. Supposons (5.6). On a $\mathcal{A} \subset \mathcal{M}$ et $\mathcal{M} \subset \mathcal{E}$.

Pour montrer que \mathcal{M} est une classe monotone, il nous faut vérifier:

- (i) $E \in \mathcal{M}$
- (ii) $\forall (A, B) \in \mathcal{M}^2, A \subset B \Rightarrow B - A \in \mathcal{M}$.
- (iii) $\forall (A_p) \uparrow_p A, A_p \in \mathcal{M} \Rightarrow A \in \mathcal{M}$

Preuve de (i), (ii) (iii):

(i) et (ii) sont quasiment immédiats:

- (i) $\forall h \in \mathbb{Z}^3, 1_{T_h E} = 1_E = 1$ et $\nu(E) = 1$ donc $\frac{1}{\text{card} n\mathcal{B}} \sum_{h \in n\mathcal{B}} 1_{T_h E}(Y) = P_\nu(Y \in E)$, d'où (i).
- (ii) $\forall (A, B) \in \mathcal{M}^2$, tels que $A \subset B$, soit $C = B - A$, on a $1_B = 1_A + 1_C$ donc $\forall h \in \mathbb{Z}^3, 1_{T_h C}(Y) = 1_{T_h B}(Y) - 1_{T_h A}(Y)$ et

$P_\nu(Y \in C) = P_\nu(Y \in A) - P_\nu(Y \in B)$. D'où :

$$\frac{1}{\text{card}n\mathcal{B}} \sum_{h \in n\mathcal{B}} 1_{T_h C} = \frac{1}{\text{card}n\mathcal{B}} \sum_{h \in n\mathcal{B}} 1_{T_h A}(Y) - \frac{1}{\text{card}n\mathcal{B}} \sum_{h \in n\mathcal{B}} 1_{T_h B}(Y)$$

$$\frac{1}{\text{card}n\mathcal{B}} \sum_{h \in n\mathcal{B}} 1_{T_h C} \xrightarrow[n \rightarrow \infty]{p.s.} P_\nu(Y \in A) - P_\nu(Y \in B).$$

Comme $P_\nu(Y \in C) = P_\nu(Y \in A) - P_\nu(Y \in B)$, on a bien (ii).

Pour montrer (iii), nous allons avoir recours au lemme élémentaire suivant.

(iii) **Lemme 2** Soit $(a_{n,p})_{(n,p) \in \mathbb{N}^2}$ une suite de réels telle que :

$$\forall n, a_{n,p} \uparrow_p \alpha_n, \forall p, a_{n,p} \xrightarrow[n \rightarrow \infty]{} a_p \text{ et } a_p \uparrow_p \alpha, \text{ alors : } \alpha \leq \liminf_n \alpha_n.$$

Utilisons ce lemme pour montrer (iii) avec $a_{n,p} = \frac{1}{\text{card}n\mathcal{B}} \sum_{h \in n\mathcal{B}} 1_{T_h A_p}(Y)$.

On a : $\forall n, a_{n,p} \uparrow_p \alpha_n = \frac{1}{\text{card}n\mathcal{B}} \sum_{h \in n\mathcal{B}} 1_{T_h A}(Y)$ (par hypothèse sur les A_p).

$\forall p, a_{n,p} \xrightarrow[n \rightarrow \infty]{L^2} a_p = P_\nu(A_p)$ (d'après (5.6)).

$a_p \uparrow_p \alpha = P_\nu(Y \in A)$ d'après le théorème de Beppo-Lévi.

Donc $P_\nu(Y \in A) \leq \liminf_n \frac{1}{\text{card}n\mathcal{B}} \sum_{h \in n\mathcal{B}} 1_{T_h A}(Y)$.

Or le théorème ergodique 1 implique que :

$\frac{1}{\text{card}n\mathcal{B}} \sum_{h \in n\mathcal{B}} 1_{T_h A}(Y) \xrightarrow[n \rightarrow \infty]{p.s.} P_\nu(Y \in A | \mathcal{I})$, donc

$P_\nu(Y \in A) \leq P_\nu(Y \in A | \mathcal{I})$. Or $E_\nu(P_\nu(Y \in A | \mathcal{I})) = P_\nu(Y \in A)$, donc $P_\nu(Y \in A | \mathcal{I}) - P_\nu(Y \in A)$ est une variable aléatoire positive d'intégrale nulle, d'où $P_\nu(Y \in A | \mathcal{I}) \xrightarrow[n \rightarrow \infty]{p.s.} P_\nu(Y \in A)$, c'est à dire que $A \in \mathcal{M}$, ce qui achève la preuve de (iii).

Ainsi \mathcal{M} est une classe monotone qui contient les cylindres (\mathcal{A}) qui forment une classe stable par intersection finie, donc \mathcal{M} contient la tribu engendrée par les cylindres, \mathcal{E} . Finalement $\mathcal{M} = \mathcal{E}$ donc le lemme 1 est prouvé.

- Récurrence sur l'ergodicité des X_n .

Il suffit de montrer que X_0 est ergodique et que le noyau de transition permet de passer d'un X_n quelconque supposé ergodique à X_{n+1} en conservant cette propriété d'ergodicité.

Mais commençons par montrer un théorème dont l'application directe nous donnera l'ergodicité de Z si celle de Y est établie. Cela nous servira à deux reprises dans la démonstration de récurrence.

Théorème 3 Soit Y un processus stationnaire ergodique et $\mathcal{K}(e, \cdot)$ un noyau de transition de la forme $\mathcal{K}(e, \cdot) = \bigotimes_{x \in \mathbb{Z}^3} K_{T_{-x}e}$. Le processus Z

défini par :

$$\forall A \in \mathcal{E}, P_\nu(Z \in A) = \int_{\mathcal{E}} \mathcal{K}(e, A) d_{\mu_Y}(e)$$

est stationnaire et ergodique.

Preuve : On sait déjà que Z est stationnaire (voir 1.4.2.1). Montrons que Z est ergodique :

pour cela nous allons établir que si Y vérifie (5.5), Z vérifie également (5.5) sur les cylindres. D'après le lemme 1, cela suffit.

Rappelons (5.5) pour Y ergodique :

$$\forall A \in \mathcal{E}, \frac{1}{(\text{card } nB)^2} \sum_{h, k \in nB^2} P_\nu(Y \in T_h A \cap T_k A) \xrightarrow{n \rightarrow \infty} P_\nu(Y \in A)^2.$$

Démontrons (5.5) pour $A = A_0 = \{e \in E, e(0) = \varepsilon \in \{0, 1\}\}$ avec h, k quelconques de E . Nous reviendrons plus tard sur le cas d'un cylindre quelconque.

$$\begin{aligned} P_\nu(Z \in (T_h A_0 \cap T_k A_0)) &= \int_{\mathcal{E}} \mathcal{K}(e, T_h A_0 \cap T_k A_0) d_{\mu_Y}(e) \\ &= \int_{\mathcal{E}} K_{T_{-h}e}(\{\varepsilon\}) K_{T_{-k}e}(\{\varepsilon\}) d_{\mu_Y}(e) \text{ par définition de } \mathcal{K} \end{aligned}$$

Posons $\varphi : E = \{0, 1\}^{\mathbb{Z}^3} \rightarrow [0, 1]$, $e \rightarrow \varphi(e) = K_e(\{\varepsilon\})$. φ est mesurable (cf. 1.4.1) et $\varphi \in L^2$ (φ est bornée), on pourra donc utiliser le corollaire 2 sous la forme (5.3).

$$P_\nu(Z \in (T_h A_0 \cap T_k A_0)) = \int_{\mathcal{E}} \varphi(T_{-h}e) \varphi(T_{-k}e) d_{\mu_Y}(e).$$

Ceci s'écrit encore :

$$P_\nu(Z \in (T_h A_0 \cap T_k A_0)) = E_\nu(\varphi(T_{-h}Y) \varphi(T_{-k}Y)). \quad (5.7)$$

Appliquons le corollaire 2 sous la forme (5.3), on obtient :

$$\frac{1}{(\text{card } n\mathcal{B})^2} \sum_{h,k \in n\mathcal{B}^2} E_\nu(\varphi(T_{-h}Y)\varphi(T_{-k}Y)) \xrightarrow{n \rightarrow \infty} E_\nu(\varphi(Y))^2. \quad (5.8)$$

Or : $E_\nu(\varphi(Y))^2 = (\int_{\mathcal{E}} \varphi(e) d_{\mu_Y}(e))^2 = (\int_{\mathcal{E}} K_e(\{\varepsilon\}) d_{\mu_Y}(e))^2$
 $E_\nu(\varphi(Y))^2 = (\int_{\mathcal{E}} K(e, A_0) d_{\mu_Y}(e))^2 = P_\nu(Y \in A_0)^2$. On déduit avec (5.7) et (5.8) qu'on a prouvé (5.5) pour le cylindre A_0 :

$$\frac{1}{(\text{card } n\mathcal{B})^2} \sum_{h,k \in n\mathcal{B}^2} P_\nu(Z \in (T_h A_0 \cap T_k A_0)) \stackrel{p.s.}{=} P_\nu(Y \in A_0)^2$$

Pour un cylindre quelconque $A = \bigcap_{1 \leq i \leq p} A_{x_i}$, on poserait

$\varphi(e) = K_{T_{-x_1}e}(\{\varepsilon_1\}) K_{T_{-x_2}e}(\{\varepsilon_2\}) \dots K_{T_{-x_p}e}(\{\varepsilon_p\})$ et on procéderait de la même manière.

Venons en enfin à la :

Démonstration de récurrence :

- Pour montrer que X_0 est ergodique, revenons à sa définition : le procédé qui nous a permis d'obtenir X_0 à partir d'un processus de Poisson stationnaire et ergodique peut s'écrire sous la forme d'un noyau de transition de même forme que celui de la chaîne de Markov :

Notons $U(x)_{x \in \mathbb{Z}^3}$ le processus de Poisson.

Si on appelle, par analogie avec \mathcal{K} et p_e :

$\mathcal{L}(e, A) = (\bigotimes_{x \in \mathbb{Z}^3} L_e^x)(A)$ le noyau de transition qui permet de passer

du processus de Poisson au processus de hard-core, L_e^x est une loi de Bernoulli de paramètre $q_e(x) = P(X_0(x) = 1 \mid U = e)$. On pourrait montrer que \mathcal{L} et $q_e(x)$ ont les mêmes propriétés que \mathcal{K} et $p_e(x)$ respectivement.

Il nous suffit alors de remarquer que nous pouvons utiliser le théorème 3 pour montrer l'ergodicité de X_0 à partir de celle de U . On a ainsi :

$$X_0 \text{ ergodique} \quad (5.9)$$

- Montrons que si l'on suppose pour n quelconque que X_n est ergodique, alors X_{n+1} est ergodique. Nous noterons toujours Y un X_n

quelconque et $Z = X_{n+1}$. Il suffit de remarquer que nous pouvons utiliser le théorème 3 pour montrer l'ergodicité de X_{n+1} à partir de celle de X_n .

Le théorème 3 appliqué à X_{n+1} connaissant l'ergodicité de X_n nous donne l'ergodicité de X_n . Ainsi :

$$\forall n \in \mathbb{N}, \{X_n \text{ ergodique} \Rightarrow X_{n+1} \text{ ergodique}\} \quad (5.10)$$

- D'après le théorème de récurrence, on conclut de (5.9) et (5.10) le corollaire suivant :

Corollaire 3

$$\forall n \in \mathbb{N}, X_n \text{ ergodique}$$

Notons que les théorèmes d'ergodicité de Holley [Hol72] ne sont pas loin de convenir, car ils sont établis pour des processus de Markov en temps continu, dont l'évolution infinitésimale reste locale. Il faudrait montrer que l'on peut associer à notre chaîne (en temps discret) un tel processus.

Nous utiliserons ces résultats en 1.4.4 pour montrer que le processus arrêté correspond à un des X_n , n fini et X_n stationnaire ergodique. C'est ce dernier résultat qui nous permettra de faire l'inférence statistique du modèle.

Nous allons enfin faire un choix pour $p_e(x)$, qui correspond à trois exigences :

- suivre notre compréhension, intuitive et simpliste, de la genèse du matériau
- satisfaire les contraintes définies plus haut pour $p_e(x)$ pour garantir les bonnes propriétés du modèle
- ajuster le modèle aux données : c'est à dire estimer les valeurs des paramètres mathématiques du modèle qui conviennent effectivement à ce matériau il faut l'ajuster soit par *calcul* (et avouons le tout de suite, nous n'avons pas de tel modèle), soit par *simulations*, ce qui implique de prévoir une adaptation algorithmique la plus simple possible. Cette méthode coûtera cher en effet en temps de calcul car de nombreuses simulations sont alors à prévoir.

1.4.3 Choix d'un $p_e(x)$ convenable

1.4.3.1 expression de $p_e(x)$ On essaie ici de s'inspirer du processus physique de germination croissance de l'austénite dans la ferrite. On simplifie :

Ici on a supposé déjà que la germination se faisait instantanément de manière équiprobable dans tout le matériau (X_0 de loi ν).

Ensuite on imagine que la croissance de l'austénite se fait à partir de ces germes (pour les points immédiatement à leur contact) avec l'affluence d'éléments gammagènes et le rejet d'éléments alphagènes : d'un instant à l'autre, chaque point (ferritique) voisin immédiat d'un point austénitique grossit (se convertit en austénite) éventuellement, en fonction des éléments gammagènes disponibles : plus il est entouré d'austénite (venant d'autres germes), moins il en restera, donc sa croissance sera gênée.

Rappelons que $p_e(x)$ est la probabilité pour un point x de passer à l'état 1 si à l'instant précédent, l'état général était e .

Ainsi on choisit une probabilité :

(1) fonction du voisinage pour un point à l'état 0 (voisin immédiat d'un 1) de passer à l'état 1, et 1 de rester à l'état 1 (pas de régression de l'austénite)

(2) 0 pour un point à l'état 0 non voisin immédiat d'un 1 (il y a eu un temps pour la germination, seule la croissance est maintenant possible)

(3) 1 pour un point à l'état 1 (pas de régression de l'austénite).

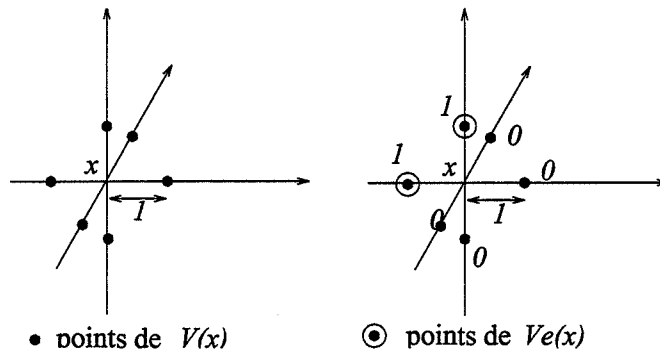
D'où les expressions mathématiques :

- si $e(x) = 1, p_e(x) = 1$ (cf (3))

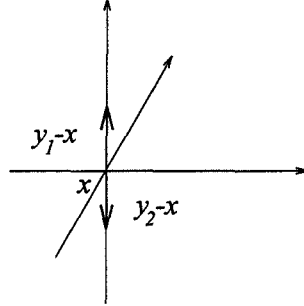
- sinon $e(x) = 0$.

Soit $\mathcal{V}(x) = \{y \in \mathbb{Z}^3, \|y - x\|_1 = 1\}$. C'est l'ensemble des voisins immédiats de x .

Soit $\mathcal{V}_e(x) = \{y \in \mathcal{V}(x), e(y) = 1\}$. C'est l'ensemble des voisins immédiats de x qui sont austénitiques.

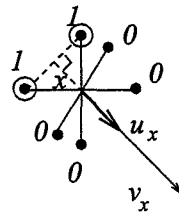


- si $\mathcal{V}_e(x) = \emptyset, p_e(x) = 0$ (cf (2))
- sinon (cas (1)) si $\exists y_1, y_2 \in \mathcal{V}_e(x)^2, (x-y_1) + (x-y_2) = 0, \underline{p_e(x)} = 1$
Ici on traduit que (cf (1)), si plus précisément le point x considéré, était à l'instant précédent à l'état ferritique et encadré par deux voisins opposés austénitiques, il se convertit aussitôt en austénite.

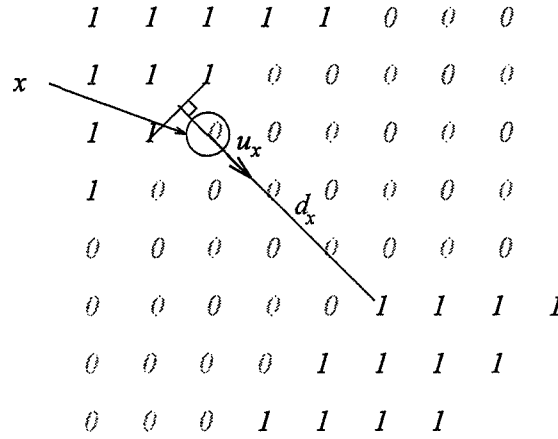


Ceci traduit le fait que la différence entre austénite et ferrite étant essentiellement due à celle de leur maille cristalline (c.c. pour la ferrite et c.f.c. pour l'austénite), les contraintes de c.f.c. de part et d'autre d'une petite quantité d'atomes en maille c.c. les font basculer en c.f.c.. Cela traduit aussi, morphologiquement parlant, le fait que les entités d'austénite et de ferrite ont des formes "pleines", aux contours lisses.

- sinon soient $v_x = \sum_{y \in \mathcal{V}_e(x)} (x - y)$, $u_x = \frac{v_x}{\|v_x\|}$, u_x unitaire donne la direction du gradient de la phase 1 au point x (normale à la frontière en x).

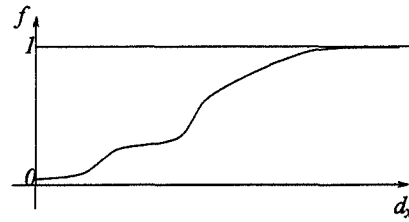


$d_x = \alpha_x u_x \cdot (1 \ \lambda_y \ \lambda_z)^t$ où $1 > \lambda_y \geq \lambda_z > 0$ sont les coefficients d'anisotropie de la croissance et $\alpha_x = \inf\{\alpha > 0, e(x - \alpha u_x) = 1, \alpha u_x \in \mathbb{Z}^3\}$.
 d_x est la distance (anisotrope) de x au plus proche point à l'état 1 dans la direction u_x .



$$p_e(x) = f(d_x)$$

où f est croissante, à valeurs dans $]0, 1[$.



Ici on traduit que (cf (1)), si plus précisément le point x considéré était, à l'instant précédent, à l'état ferritique, avec un voisin immédiat et non encadré par deux voisins opposés austénitiques, il évolue en fonction de la distance à la plus proche entité austénitique (éventuellement connectée). La distance est calculée dans la direction normale à la frontière de l'austénite en notre point, frontière locale définie par ses voisins immédiats.

Notons que l'on prend en compte une croissance anisotrope comme l'est la diffusion des atomes dans la ferrite. Nous précisons une expression de f que nous avons utilisée pour les simulations (voir 2.1.2).

Remarque Les v.a. $(X_{n+1}(x)/X_n)_{x \in \mathbb{Z}^3}$ de lois K_e^x (n fixé) sont indépendantes.

1.4.3.2 Propriétés de $p_e(x)$ Vérifions que l'expression de $p_e(x)$ ci-dessus a les propriétés pré-requises : mesurabilité de $p_e(x)$ (1.4.1 (i)) et stabilité par

translation de $p.(.)$ (1.4.1 (ii)).

- (i) Pour tout $x \in \mathbb{Z}^3$ fixé,
 $(E, \mathcal{E}) \rightarrow [0, 1]$
 $e \mapsto p_e(x)$ est mesurable

Démonstration :

Soit x quelconque dans \mathbb{Z}^3 . Avec les notations de la définition de $p_e(x)$:
 $\forall e \in E$, p_e est à valeurs dans $F = \{0, 1, (\alpha_d)_{d \in \mathcal{D}}\}$, où
 $\forall d \in \mathcal{D}$, $\alpha_d = f(d)$.

\mathcal{D} dénombrable $\Rightarrow F$ dénombrable.

Définissons les images réciproques de chaque élément de F :

$$\forall \alpha \in F, A_\alpha^x = p.(x)^{-1}(\{\alpha\}) = \{e, p_e(x) = \alpha\}$$

$(A_\alpha^x)_{\alpha \in F}$ est une partition dénombrable de E .

$p.(x) = \sum_{\alpha \in F} \alpha 1_{A_\alpha^x}$. En tant que fonction étagée (dénombrable), $p.(x)$ est mesurable dès que les A_α^x sont dans \mathcal{E} .

Il ne reste donc qu'à montrer $\forall \alpha \in F$, $A_\alpha^x \in \mathcal{E}$.

$$\begin{aligned} . A_0^x &= \{e \in E, p_e(x) = 0\} = \{e \in E, e(x) = 0 \text{ et } \mathcal{V}_e(x) = \emptyset\} \\ &= \{0, 1\}^{\mathbb{Z}^3 - \mathcal{V}(x) \cup \{x\}} \times \{0\}^{\mathcal{V}(x) \cup \{x\}} \end{aligned}$$

$\text{card } \mathcal{V}(x) \cup \{x\} = 2 * 3 + 1 < \infty$ donc A_0^x est un cylindre de E donc $A_0^x \in \mathcal{E}$.

$$\cdot \forall \alpha \in \mathbb{N}^*, A_\alpha^x = \{e \in \mathcal{E}, \text{card } \mathcal{V}_e(x) = 1, \text{ et } e(x - u_x) = \dots = e(x - (\alpha - 1)u_x) = 0 \text{ et } e(x - \alpha y_x) = 1\}$$

$$\begin{aligned} \cdot \forall \alpha \in \sqrt{2}\mathbb{N}^*, A_\alpha^x &= \bigcup_{\mathcal{V}_e(x), \text{card } \mathcal{V}_e(x)=2} \{e, \text{ si } \mathcal{V}_e(x) = (y, z), y + z \neq 0, \text{ et } e(x - u_x) = \dots = e(x - (\alpha - 1)u_x) = 0 \text{ et } e(x - \alpha y_x) = 1\} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \cdot \forall \alpha \in \sqrt{3}\mathbb{N}^*, A_\alpha^x &= \bigcup_{\mathcal{V}_e(x), \text{card } \mathcal{V}_e(x)=3} \{e, \text{ si } \mathcal{V}_e(x) = (y, z, w), y + z + w \neq 0, \text{ et } e(x - u_x) = \dots = e(x - (\alpha - 1)u_x) = 0 \text{ et } e(x - \alpha y_x) = 1\} \end{aligned}$$

Dans les trois cas ce sont des cylindres de \mathcal{E} .

($\text{card } \{\mathcal{V}_e(x), \text{card } \mathcal{V}_e(x) = 2\} < \infty$)

$$\cdot A_x^1 = E - \bigcup_{\alpha \in F - \{1\}} A_\alpha^x. \mathcal{E} \text{ étant stable par union et différence, } A_x^1 \in \mathcal{E}.$$

D'où $\forall \alpha \in F$, $A_\alpha^x \in \mathcal{E}$.

La mesurabilité est donc assurée.

- (ii) $\forall h \in \mathbb{Z}^3, p_{T_h e}(x+h) = p_e(x)$ où $T_h e(x+h) = e(x)$, T_h translation dans \mathbb{Z}^3 .

Montrons ceci en reprenant la définition de p_e en x et de $p_{T_h e}$ en $x+h$:

- (si $e(x) = 1$, $p_e(x) = 1$) \iff (si $\underbrace{T_h e(x+h)}_{=e(x)} = 1$, $p_{T_h e}(x+h) = 1$)
(x quelconque de $\mathbb{Z}^3 \iff x+h$ quelconque de \mathbb{Z}^3).
- sinon $e(x) = 0$ ce qui correspond exactement à $\underbrace{T_h e(x+h)}_{=e(x)} = 0$.

Soient $\mathcal{V}(x) = \{y \in \mathbb{Z}^3, \|y-x\|_1 = 1\}$ et

$$\begin{aligned} \mathcal{V}(x+h) &= \{y \in \mathbb{Z}^3, \|y-(x+h)\|_1 = 1\} = \{y-h \in \mathbb{Z}^3, \|(y-h)-x\|_1 = 1\} \\ &= \mathcal{V}(x) + h \end{aligned}$$

Soit $\mathcal{V}_e(x) = \{y \in \mathcal{V}(x), e(y) = 1\}$ et

$$\mathcal{V}_{T_h e}(x+h) = \{y \in \mathcal{V}(x+h), T_h e(y) = 1\}$$

$$\begin{aligned} \mathcal{V}_{T_h e}(x+h) &= \{y-h \in \mathcal{V}(x), e(y-h) = 1\} \\ &= \mathcal{V}_e(x) + h \end{aligned}$$

- (si $\mathcal{V}_e(x) = \emptyset$, $p_e(x) = 0$) \iff (si $\mathcal{V}_e(x) + h = \emptyset$,
 $p_{T_h e}(x+h) = 0$)
- (sinon si $\exists (y_1, y_2) \in \mathcal{V}_e(x)^2$, $(x-y_1) + (x-y_2) = 0$, $\underline{p_e(x) = 1}$)
équivalent à :
(sinon si $\exists (y_1, y_2) \in (\mathcal{V}_e(x) + h)^2$,
 $(x+h-y_1) + (x+h-y_2) = (x - \underbrace{(y_1-h)}_{\in \mathcal{V}_e(x)}) + (x - (y_2-h)) = 0$,

$$\underline{p_{T_h e}(x+h) = 1})$$

- sinon soient $v_x = \sum_{y \in \mathcal{V}_e(x)} (x-y)$, $u_x = \frac{v_x}{\|v_x\|} u_x$

$$\text{on a } v_{x+h} = \sum_{y \in \mathcal{V}_e(x)+h} (x+h-y) = \sum_{y-h \in \mathcal{V}_e(x)} (x+(y-h)) = v_x$$

et donc $u_{x+h} = u_x$.

$$d_x = \inf \{\lambda > 0, e(x - \lambda u_x) = 1, \lambda u_x \in \mathbb{Z}^3\} \text{ et}$$

$$d_{x+h} = \inf \{\lambda > 0, \underbrace{T_h e(x+h - \lambda \underbrace{u_{x+h}}_{=u_x})}_{=e(x-\lambda u_x)} = 1, \lambda u_x \in \mathbb{Z}^3\} = d_x$$

$$\underline{p_e(x) = p_{T_h e}(x+h) = f(d_x)}$$

L'invariance par translation est donc assurée.

1.4.4 Comportement de la chaîne arrêtée

D'autres propriétés du modèle seront encore nécessaires pour l'ajustement du modèle aux données. Nous avons prétendu représenter le matériau de teneur en austénite p en arrêtant le temps à l'instant N_p (a priori aléatoire) où la proportion de 1 atteindrait p . Cela reste à justifier.

De plus nous ne savons pas calculer les X_n et leur loi, et nous ne pouvons que les reconstituer par simulations, c'est à dire des images finies. Comment savoir alors où arrêter le temps pour avoir une bonne estimation du matériau ?

Nous allons montrer que le temps d'arrêt N_p est en fait déterministe, et nous montrerons plus loin (2.1.1.1) qu'il est aussi valable pour les simulations. (C'est à dire pour des images assez grandes).

1.4.4.1 Comportement de la chaîne à l'infini

$X_n \xrightarrow[n \rightarrow \infty]{p.s.} X_\infty$ où X_∞ est le processus spatial constant de valeur 1 sur \mathbb{Z}^3 .

Ceci traduit qu'à l'infini, la phase 1 austénitique envahit tout le matériau

Démonstration :

L'idée est de montrer que tout point pris à un état quelconque et à un instant quelconque, sera à l'état 1 au bout d'une durée finie (c'est la notion de temps d'arrêt fini par rapport à la chaîne de Markov), et donc l'ensemble à l'infini sera entièrement à l'état 1. (rappelons en effet que l'état 1 une fois atteint est définitif)

Soit x quelconque dans \mathbb{Z}^3 . Rappelons les notations :

$\mathcal{V}(x) = \{y \in \mathbb{Z}^3, \|y - x\|_1 = 1\}$ et $\mathcal{V}_e(x) = \{y \in \mathcal{V}(x), e(y) = 1\}$.

En notant $A_x = \{0, 1\}^{\mathbb{Z}^3 - \{x\}} \times \{1\}^{\{x\}}$, N_x est le premier instant d'atteinte de l'ensemble A_x pour la chaîne $(X_n)_n$. C'est donc en particulier un temps d'arrêt.

Montrons que N_x est p.s. fini, autrement dit $P_\nu(N_x < \infty) = 1$:

- D'abord il suffit de montrer que $P_\nu(N_x < \infty \mid X_0 = e) = 1$ pour toute $e \neq 0_E$ de E , car alors :

$$P_\nu(\{N_x < \infty\}) = \int_{E - \{0\}} (P_\nu(\{N_x < \infty\} \mid X_0 = e) d\nu(e).$$
 On sait en effet que $\{e = 0\}$ est ν -négligeable.

On notera désormais :

$$E_e(1_{\{N_x < \infty\}}) = P_e(N_x < \infty) = P_{\delta_e}(N_x < \infty) = P_\nu(N_x < \infty \mid X_0 = e)$$

- Soit donc e quelconque non nulle de E .

Trois cas se présentent selon l'état de x et de ses voisins immédiats :

cas 1: l'état de x est déjà 1, le problème est réglé

cas 2: l'état de x est 0 et un de ses voisins immédiats est à 1, et on montre alors que l'état 1 se propage à x au bout d'un temps fini (ce qui découle de la définition de la fonction de croissance f).

cas 3: l'état de x et de tous ses voisins immédiats est 0, on établit que si un voisin immédiat de x atteint l'état 1 en un temps fini, il en sera de même pour x (propriété de Markov forte). Il suffit donc de trouver un voisin (éloigné) connecté à x qui soit à l'état 1, et de proche en proche on remonte à x (réurrence descendante).

Voyons plus en détail les cas 2 et 3:

cas 2: si $e(x) = 0$ et $\exists y \in \mathcal{V}_e(x)$, c'est-à-dire un des voisins immédiats de x est à l'état 1 initialement.

On cherche à montrer $P_e(N_x < \infty) = 1$

$P_e(X_1(x) = 1) = K_{T_{-x}e}(\{1\}) = p_e(x) = f(d_x)$ avec les notations de la définition de $p_e(x)$

Or f est minorée dans $]0, 1[$: $\exists m > 0$ ($0 < m < f(1)$), $f(d_x) > m > 0$ donc:

$$P_e(X_1(x) = 1) > m > 0$$

$$P_e(X_1(x) = 0) < 1 - m < 1$$

$$\begin{aligned} \forall n \geq 0, P_e(N_x > n) &= P_e(\{X_1(x) = 0, \dots, X_n(x) = 0\}) \\ &= E_e(1_{\{X_1(x)=0\}} \dots 1_{\{X_{n-1}(x)=0\}}, \underbrace{E_{X_{n-1}} 1_{\{(X_1(x)=0)\}}}_{\leq 1-m}) \end{aligned}$$

(propriété de Markov simple)

Comme on a établi les inégalités précédentes pour une e quelconque, elles s'appliquent aussi pour les réalisations des X_i , $0 < i < n$.

$$\forall n \geq 0, P_e(N_x > n) \leq (1 - m)P_e(N_x > n - 1)$$

⋮

$$\leq (1 - m)^n \xrightarrow[n \rightarrow \infty]{} 0$$

Or $\{N_x = \infty\} = \bigcap_{n \geq 0} \{N_x > n\}$ donc $P_e(N_x = \infty) = 0$ d'où:

$$P_e(N_x < \infty) = 1$$

cas 3: si $e(x) = 0$, en utilisant la propriété de Markov forte,

- (i) si $\exists y \in \mathcal{V}(x)$, $P_e(N_y < \infty) = 1$, on va en déduire que $P_e(N_x < \infty) = 1$.
- (ii) sinon on montrera que l'on peut en utilisant (i) établir le même résultat $P_e(N_x < \infty) = 1$.

- (i) Les hypothèses sont ici $e(x) = 0$ et $\exists y \in \mathcal{V}(x)$, $P_e(N_y < \infty) = 1$. Nous allons utiliser la propriété de **Markov forte** (voir ci-dessous) avec le temps d'arrêt N_x et E_e l'espérance sous P_{δ_e} .

Proposition 2 propriété de Markov forte:

Soit $X = (X_n)_{n \in \mathbb{N}}$ une chaîne de Markov à valeurs dans $E^{\mathbb{N}}$, T un temps d'arrêt de X , φ une fonction mesurable et bornée de $E^{\mathbb{N}}$ dans \mathbb{R} , ν une loi initiale quelconque, on a :

$$E_{\nu}(1_{\{T < \infty\}} \varphi(X_T, X_{T+1}, \dots) \mid X_T, \dots, X_0) = 1_{\{T < \infty\}} E_{X_T}(\varphi(X_0, X_1, \dots))$$

Ce qui se traduit conformément à l'intuition par :

"Décrire l'évolution future de la chaîne à partir de l'instant aléatoire T , **compte tenu** de son observation jusqu'à T revient à considérer la chaîne partant de la position aléatoire X_T " (de loi initiale μ_{X_T} de même noyau de transition \mathcal{K})

Soit $\varphi : (e_0, e_1, \dots) \in E^{\mathbb{N}} \mapsto 1_{\{\inf_{n \geq 0} \{e_n(x) = 1 < \infty\}\}} \in \mathbb{R}$, mesurable et bornée.

On remarque que $1_{\{N_x < \infty\}} > 1_{N_y < \infty} \varphi(X_{N_y}, X_{N_y+1}, \dots)$
 $P_e(N_x < \infty) \geq E_e(1_{N_y < \infty} \varphi(X_{N_y}, X_{N_y+1}, \dots))$ (on demande de plus N_y fini avant N_x)

$$\begin{aligned} &\geq E_e(E_e(1_{\{N_y < \infty\}} \varphi(X_{N_y}, X_{N_y+1}, \dots) \mid X_0, \dots, X_{N_y})) \\ &\geq E_e(1_{\{N_y < \infty\}} E_{X_{N_y}}(1_{\{N_x < \infty\}})) \\ (\text{propriété de Markov forte}). \\ &\geq E_e(1_{\{N_y < \infty\}} \underbrace{P_{X_{N_y}}(N_x < \infty)}_{=1: \text{cas 1 ou 2}}) \\ &\geq E_e(1_{\{N_y < \infty\}}) = 1 \text{ par hypothèse.} \end{aligned}$$

Finalement on a bien montré $P_e(N_x < \infty) = 1$

- (ii) Les hypothèses sont ici $e(x) = 0$, $\mathcal{V}_e(x) = \emptyset$, et on veut prouver : $\exists y \in \mathcal{V}(x)$, $P_e(N_y < \infty) = 1$.

Ici tous les voisins immédiats de x sont dans le même état (nul) que lui. On va chercher pour tous ceux-ci leurs voisins immédiats jusqu'à trouver un point dont un voisin est à l'état 1, et on pourra lui appliquer (i). On remontera ainsi jusqu'à x .

Notons :

$$\mathcal{V}_x^1 = \mathcal{V}(x),$$

$$\mathcal{V}_x^2(x) = \bigcup_{x_1 \in \mathcal{V}_x^1} \mathcal{V}(x_1) \text{ union des voisinages (immédiats) des voisins (immédiats) de } x,$$

$$\vdots$$

$$\mathcal{V}_x^{i+1}(x) = \bigcup_{x_i \in \mathcal{V}_x^i} \mathcal{V}(x_i), \text{ pour tout } i \geq 0.$$

$$\bigcup_{i \geq 0} \mathcal{V}_x^i = E \text{ et } e \text{ n'est pas constante nulle sur } E \text{ donc :}$$

$$\exists k \geq 1, \forall i < k, \forall z \in \mathcal{V}_x^i, e(z) = 0, \text{ et } \exists y \in \mathcal{V}_x^k, e(y) = 1.$$

(k est la distance (en norme infinie) de x au plus proche point y à l'état 1).

Soit $x_{k-1} \in \mathcal{V}_x^{k-1} \cap \mathcal{V}(y)$ (voisin lointain de x et immédiat de y), on peut appliquer (i) à x_{k-1} . On applique (i) successivement aux $(x_i)_{0 \leq i \leq k-1}$ construits de la même manière (avec finalement $x = x_0$).

1.4.4.2 Existence d'un temps d'arrêt fini et déterministe et ses propriétés Notre matériau est censé être bien représenté par la chaîne à un instant, (a priori aléatoire), où la proportion de 1 correspondrait à la teneur en austénite. On voudrait donc définir le temps d'arrêt de la chaîne N_p où p est la proportion désirée en austénite.

Posons $p_{r,n} = \frac{1}{\text{card } r\mathcal{B}} \sum_{h \in r\mathcal{B}} X_n(h)$ la proportion de 1 de X_n sur le domaine $r\mathcal{B}$.

La façon la plus simple a priori pour définir N_p est de le poser limite des quantités $p_{r,n}$ lorsque $n \rightarrow \infty$:

$$N_p = \lim_{n \rightarrow \infty} p_{r,n} \quad (5.11)$$

On a montré (1.4.2.2) que tous les processus sont ergodiques, donc que : $\forall A \in \mathcal{E}, \forall n \in \mathbb{N}, \frac{1}{\text{card } r\mathcal{B}} \sum_{h \in r\mathcal{B}} 1_{T_h A}(X_n) \xrightarrow[r \rightarrow \infty]{p.s.} P(X_n \in A)$, où \mathcal{B} boule de centre 0, de rayon 1 (en norme infinie).

Autrement écrit : $p_{r,n} = \frac{1}{\text{card } r\mathcal{B}} \sum_{h \in r\mathcal{B}} 1_{A_h}(X_n)$ (les cylindres élémentaires A_h sont les translatés de h par T_h de $A_0 = \{e \in E, e(0) = \varepsilon\}$ où ε est fixé dans $\{0, 1\}$, $A_h = T_h A_0$).

D'où avec l'ergodicité, $p_{r,n} \xrightarrow[r \rightarrow \infty]{p.s.} P(X_n \in A_0) = E(1_{A_0}(X_n)) = E(X_n(0))$, quantité déterministe qui représente la proportion de 1 dans \mathbb{Z}^3 au temps n .

$N_p = \inf\{n, E(X_n(0)) > p\}$ par définition, N_p est donc déterministe et même fini. En effet : $(E(X_n(0)))_{n \geq 0}$ est croissante (l'état 1 est définitif), de limite 1 d'après le paragraphe précédent, donc pour p fixé < 1 , on a l'existence et l'unicité d'un $n_p \in \mathbb{N}$, tel que : $n_p = \inf\{n \in \mathbb{N}, E(X_n(0)) > p\}$

On regroupe les résultats précédents dans le théorème :

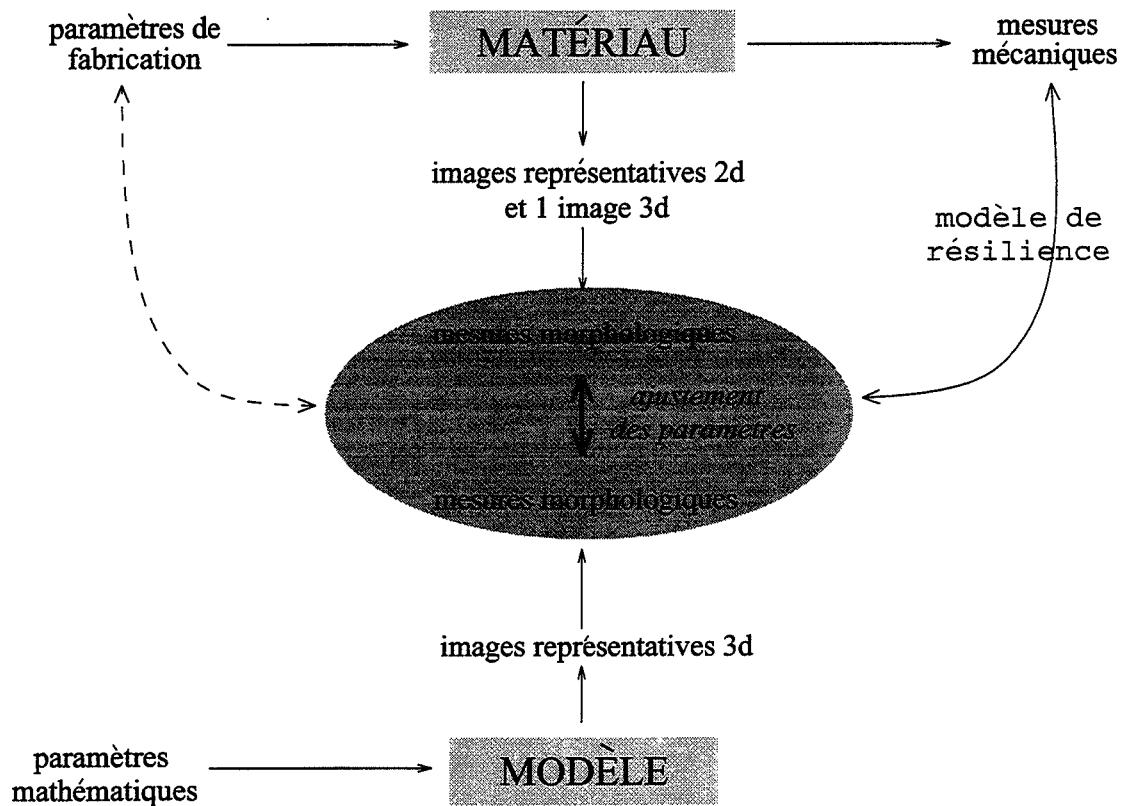
Théorème 4 *Le premier instant N_p défini par (5.11) est fini et déterministe. Par suite, le processus $(X_{N_p}(x))_x$ correspondant à l'arrêt de la chaîne $(X_n)_n$ est stationnaire et ergodique.*

C'est pour l'inférence que nous allons maintenant aborder que toutes ces propriétés du modèle vont être utiles.

Remarque : les paramètres mathématiques du modèle sont détaillés dans la partie suivante où l'on a choisi explicitement une forme pour la fonction de croissance f .

2 Inférence

Le choix du modèle que nous venons de construire, motivé par le désir d'obtenir de plus amples renseignements sur la morphologie du matériau, est censé permettre de synthétiser le passage de paramètres de fabrication (composition chimique, température, ...) à des variables morphologiques, en passant par les paramètres propres du modèle, les paramètres mathématiques. Appelons les θ ($\in \mathbb{R}^8$ par la suite).



Il s'agit maintenant d'ajuster ces paramètres, c'est à dire de cerner l'ensemble des paramètres mathématiques qui correspondent au mieux au sens morphologique avec le matériau : selon la valeur des paramètres en entrée, le modèle obtenu pour ces paramètres représente un milieu aléatoire plus ou moins ressemblant morphologiquement au matériau. Nous cherchons donc maintenant les "bons" paramètres, ceux qui permettent d'obtenir des mesures morphologiques semblables à celle effectuées sur le matériau. Nous devons déterminer sur quel critère et de quelle manière se fera ce choix.

Dans le cadre de l'inférence statistique classique (voir par exemple [Tas89], [Duf82]), l'estimation de θ est faite, lorsque l'on connaît la loi du modèle probabiliste, en recherchant la valeur de θ qui maximise la vraisemblance de l'échantillon observé. Lorsqu'on ne connaît pas la loi, on peut utiliser la méthode des moments si on sait en calculer suffisamment (il faut plus d'équations, donc de moments que d'inconnues dans θ). Dans les deux cas, on se ramène donc à un problème d'optimisation pour lequel on est souvent amené à utiliser des méthodes numériques.

Les statistiques utilisent abondamment, depuis le développement des moyens de calculs, les méthodes de Monte-Carlo, ce qui revient pour la méthode des moments à évaluer les moments théoriques par simulation. On trouve dans [Rob96] un bon aperçu de ces nouvelles approches. Notre procédé rentre dans ce cadre ; en effet les quantités (covariance et densités granulométriques), dont nous voudrions naturellement qu'elles soient proches de celles des observations (les images réelles), sont des quantités de même nature que les moments et peuvent être comme ceux-ci estimées à partir des simulations par une méthode de Monte-Carlo (voir 2.1.1.2). Nous chercherons donc finalement θ qui minimise une distance à préciser entre la covariance et la densité granulométrique des images réelles et des images simulées.

Puisque nous avons mis en évidence la nécessité de recourir aux simulations, nous commencerons par justifier des bonnes propriétés des simulations pour leur emploi dans une méthode de Monte-Carlo et nous évoquerons rapidement leur génération.

Nous détaillerons ensuite le problème d'optimisation posé par l'inférence pour ajuster les paramètres du modèle.

2.1 Simulations

2.1.1 Justification mathématique de l'emploi des simulations

Nous commencerons par prouver que nous pouvons utiliser le même temps d'arrêt pour les simulations que pour le processus, puis nous utiliserons enfin l'ergodicité pour justifier de la bonne utilisation des simulations pour l'inférence. Le théorème ergodique joue le même rôle pour notre inférence que la loi des grands nombres pour la méthode de Monte-Carlo.

2.1.1.1 Validité du même temps d'arrêt pour la simulation

Une simulation de la chaîne arrêtée à un instant à déterminer, est censée représenter une réalisation plausible du matériau. En particulier la proportion de 1 sera choisie cohérente avec la teneur en austénite (habituelle, fixée).

Sera-ce n_p ?

Avec les notations précédentes, notons de plus que $\forall r$ fixé $\in \mathbb{N}$, $(p_{r,n})_{n \in \mathbb{N}}$ est croissante.

Posons $N_r = \inf\{n \in \mathbb{N}, p_{r,n} > p\}$. C'est le temps d'arrêt pour une simulation d'une image en 3D (cube de côté r) et montrons que N_r est asymptotiquement fini déterministe, égal à n_p .

Rappelons que par définition: $n_p = \inf\{n \in \mathbb{N}, E(X_n(0)) > p\}$

$$p_{r,n_p} \xrightarrow[r \rightarrow \infty]{p.s.} E(X_{n_p}(0)) > p.$$

Donc à partir d'un certain rang $R_1 \in \mathbb{N}$, si $r > R_1$, $p_{r,n_p} > p$ et donc $n_p \in \{n \in \mathbb{N}, p_{r,n} > p\}$ d'où $\forall r > R_1$, $n_p \geq N_r$ p.s..

$p_{r,n_{p-1}} \xrightarrow[r \rightarrow \infty]{p.s.} E(X_{n_{p-1}}(0)) \leq p$. Supposons $E(X_{n_{p-1}}(0)) < p$ donc à partir d'un certain rang R_2 , $\forall r > R_2$, $p_{r,n_{p-1}} < p$, d'où $\forall r > R_2$, $n_p \leq N_r$.

. En conclusion $N_r \xrightarrow[r \rightarrow \infty]{p.s.} n_p$ p.s. si $E(X_{n_{p-1}}(0)) \neq p$. On peut supposer qu'on est dans ce cas, car la probabilité, en choisissant un réel p au hasard entre deux réels distincts, de tomber sur le premier est nulle, c'est donc négligeable.

Le temps d'arrêt des simulations correspond donc bien au temps d'arrêt théorique, dont nous avons montré la stationnarité et l'ergodicité qui justifient que l'observation d'une simulation assez grande nous suffira.

En pratique, nous n'aurons qu'à arrêter les simulations dès que les images (assez grandes) auront dépassé la proportion de 1 désirée.

2.1.1.2 De la nécessité de l'ergodicité Soit ρ une variable morphologique du matériau, que l'on peut quantifier par analyse d'image (on pourra donc la mesurer sur les images réelles comme sur celles simulées). Cette mesure est mathématiquement un opérateur morphologique, dont l'action se décompose en deux étapes: on considère un ensemble de points (de \mathbb{Z}^3) fini (par exemple un bipoint pour la covariance, un segment pour la traversée ...) d'origine fixée par exemple en 0, et on compte 1 s'il vérifie une condition ensembliste fixée par rapport aux phases de l'image (par exemple si le bipoint est inclus dans la phase du matériau sur laquelle on veut effectuer la mesure pour la covariance), 0 sinon. Ensuite on translate l'élément structurant dans toute l'image et on cumule toute cette information.

Notre variable morphologique ρ est en fait l'espérance pour l'élément structurant B de vérifier la relation ensembliste $\{B \subset \{y, X_{n_p}(y) = 1\}\}$.

Soit Φ de E dans $\{0, 1\}$, telle que: $\Phi(X_{n_p}) = 1_{\{B \subset \{y, X_{n_p}(y)=1\}\}}$.

Φ est mesurable, (B fini donc on travaille sur un cylindre de \mathcal{E}), et X_{n_p} est stationnaire ergodique, on peut donc appliquer le théorème ergodique 1:

$$\frac{1}{\text{card} nB} \sum_{x \in nB} \Phi(T_x X_{n_p}) \xrightarrow[n \rightarrow \infty]{p.s.} E(\Phi(X_{n_p})) = \rho. \text{ Or:}$$

$$\Phi(T_x X_{n_p}) = 1_{\{B \subset \{y, T_x X_{n_p}(y)=1\}\}} = 1_{\{T_x B \subset T_x \{y, T_x X_{n_p}(y)=1\}\}} = 1_{\{T_x B \subset \{y, X_{n_p}(y)=1\}\}},$$

d'où : $\frac{1}{\text{card} n\mathcal{B}} \sum_{x \in n\mathcal{B}} 1_{\{T_x B \subset \{y, X_{n_p}(y)=1\}\}} \xrightarrow[n \rightarrow \infty]{p.s.} \rho$, i.e :

$$\frac{\text{card}\{x \in n\mathcal{B}, T_x B \subset \{y, X_{n_p}(y) = 1\}\}}{\text{card} n\mathcal{B}} \xrightarrow[n \rightarrow \infty]{p.s.} \rho.$$

(La proportion d'éléments structurants translatés inclus dans la phase considérée sur un grand domaine tend vers ρ)

Nous pouvons donc nous limiter à une réalisation (c'est-à-dire une simulation), de taille assez grande, pour estimer ρ .

2.1.2 Principe pratique d'une simulation

Conformément au modèle :

Soient $p_0 \in]0, 1[$ (proportion de germes au départ)

- à l'instant $t = 0$, les points x de l'image de dimension $N \times N \times M$ (longueur, largeur, profondeur) sont générés selon un processus de hardcore défini de manière différant de celle du modèle : on génère dynamiquement un processus de Poisson (on choisit un point uniforme dans l'image) et on ne lui attribue la valeur 1 que s'il est éloigné d'une distance $\geq r$ des autres points retenus comme germes (codés 1), sinon il reste à 0. On s'arrête lorsque l'on a obtenu une proportion p_0 de points codés 1 dans l'image.
- à partir de l'instant $t = 1$, le passage d'un instant $t = n$ à un instant $t = n + 1$ se fait en simulant \mathcal{K} point par point, c'est à dire que, en tenant compte de l'état général $X_n = e$ à l'instant n , pour x on simule K_e^x : les points 1 restent 1, les points 0 entourés de 0 restent à 0, les points 0, dont deux voisins immédiats codés 1 l'entourent, passent à 1, les autres points 0 (dont des voisins immédiats, non de part et d'autre de x , sont codés 1), passent à 1 avec la probabilité donnée par $f(d_x)$, fonction de la distance aux points 1 dans un voisinage plus éloigné, dans la direction donnée par l'orientation du voisinage immédiat codé 1 du point x .

On choisit une fonction f (croissante dans $]0, 1[$ conformément à la définition dans 1.4.3.1), par exemple de la forme suivante :

$$\begin{cases} f(d) = \varepsilon \text{ si } d \leq m \\ f(d) = \frac{1-\varepsilon}{M-m}(d-m) + \varepsilon \text{ si } m \leq d \leq M \\ f(d) = 1 \text{ si } M \leq d. \end{cases}$$

En résumé :

- . on regarde les voisinages immédiats des points codés 1
- . en fonction de la présence de points codés 1 et dans ce cas de leur position autour de x , ils passent à 1 avec la probabilité 0, 1 ou $f(d_x)$.
- on incrémente à chaque étape la proportion de points 0 transformés en 1, et on s'arrête dès que la proportion totale dépasse la proportion p fixée au départ.

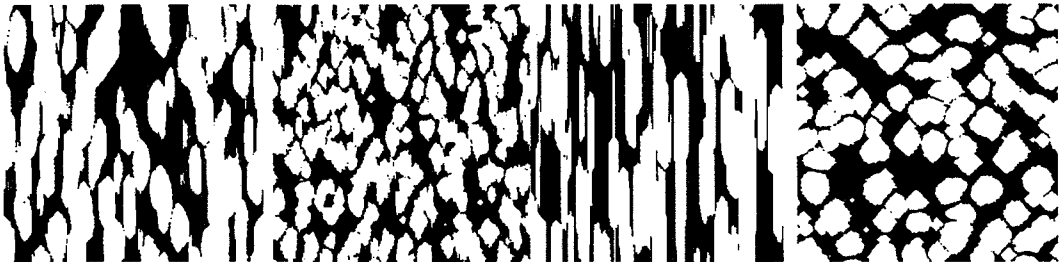
Les paramètres du modèle sont alors :

- . p , proportion d'arrêt
- . p_0 proportion de germes au départ
- . r distance de répulsion ou distance minimale entre les germes
- . m , M et ε paramètres de la fonction de croissance
- . λ_y et $\lambda_z \in [0, 1]$ coefficients d'anisotropie de vitesse de freinage de la croissance selon la direction de croissance par rapport aux axes privilégiés (qui correspondent aux axes de propagation de la diffusion dans la maille cristalline). Par exemple on choisira l'axe horizontal comme axe privilégié, et donc $1 \gg \lambda_y \geq \lambda_z$.

Le temps moyen de simulation d'une image $384 \times 384 \times 384$ voxels est de quelques heures.

Remarque : il existe une légère différence entre notre algorithme de simulation et le modèle qui engendrera un biais et donc une difficulté supplémentaire pour la phase d'ajustement des paramètres : les points frontières, codés 0 et susceptibles d'évoluer sont comptés dans l'algorithme pour le calcul de la teneur et sont donc codés 1 après le temps d'arrêt pour respecter l'inférence du paramètre p , alors qu'en suivant le modèle ils devraient rester à 0.

Exemples de quelques simulations (coupes 2D) pour différents jeux de paramètres.



2.2 Ajustement des paramètres

Rappelons que nous cherchons parmi les valeurs des paramètres ci-dessus, celles qui permettent de simuler des images ressemblant (au sens des variables morphologiques) aux images observées.

Nous avons déjà remarqué qu'un critère statistique qui conviendrait pour l'inférence serait proche des moments, ce qui est justement le cas de nos variables morphologiques (granulométrie et covariance). C'est pourquoi il ne nous reste plus qu'à préciser quelle distance nous chercherons à minimiser entre ces variables.

2.2.1 Critère

Nous avons choisi un critère aux moindres carrés sur les densités granulométriques (dans les quatre directions) et sur la covariance. (Le choix d'une distance L^2 est lié à l'algorithme d'optimisation choisi dans le paragraphe suivant.)

Le critère est calculé sur plusieurs images (c'est à dire 10 coupes de la même image cubique simulée) dans deux directions du cube pour tenir compte de l'anisotropie du matériau. La première direction correspond à une morphologie anisotrope (îlots d'austénite et brins de ferrite allongés) : on compare les coupes 2D de l'image simulée avec une image 2D réelle de morphologie du même type. La deuxième direction correspond à une morphologie isotrope (voir figure 5.1).

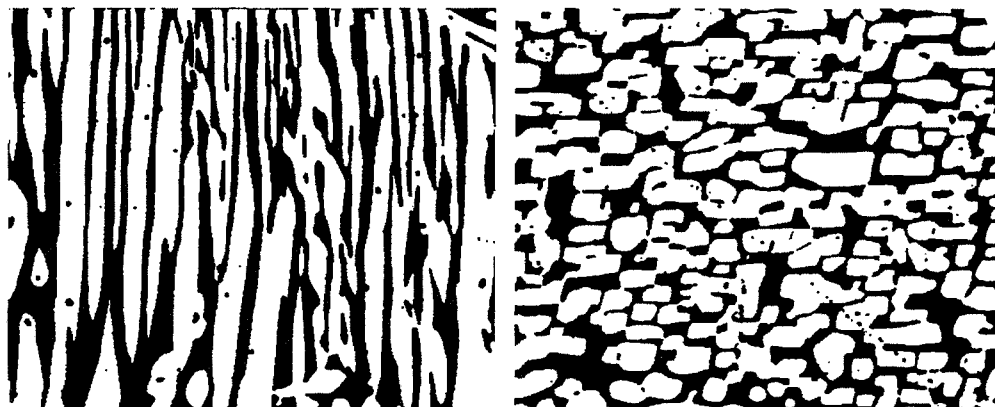


FIG. 5.1 – Images-types prises comme référence pour l'ajustement des paramètres du modèle

Comme on ne dispose pas de telles images cohérentes (c'est-à-dire qui correspondraient à des coupes adjacentes sur un cube réel du matériau), on choisit des images a priori cohérentes (du point de vue de la teneur en

austénite, on ne tiendra pas compte de l'échelle). Cela introduit un biais non quantifiable.

2.2.1.1 Réduction du nombre de paramètres Les paramètres mathématiques sont au nombre de 8, ce qui est beaucoup trop pour l'optimisation quand on sait que le temps moyen de simulation est de quelques heures. D'autre part, certains paramètres sont plus facilement accessibles que d'autres. Nous allons donc tout d'abord réduire le nombre de paramètres à inférer grâce l'algorithme d'optimisation, puis nous exposerons les différentes phases d'approche d'un minimum pour le critère J défini plus loin.

- Le premier paramètre p ne pose aucun problème puisque c'est le seul que l'on sache calculer : on sait que p correspond à la proportion d'austénite dans l'image (par définition du temps d'arrêt). En contrepartie du fait que p n'interviendra pas dans le critère J , on choisit p égal à la proportion d'austénite dans les deux images-type réelles avec lesquelles on calcule le critère J .
- On fixe arbitrairement la valeur de ε à une valeur très petite mais non nulle (nécessaire pour le modèle théorique), par exemple 10^{-30} .
- Un autre paramètre est inféré séparément : la distance de répulsion r , que nous avons fixée au vu des premières simulations (simulations sans autre stratégie que celle de comprendre très grossièrement l'influence de chaque paramètre mathématique).

On choisit cette distance de répulsion r , de manière à ce que les germes soient à peu près équidistants : r sera liée à la proportion de germes p_0 de manière à ce que si on considère chaque point-germe comme entouré d'une boule de répulsion (une boule au sens de la norme $\|\cdot\|_\infty$ est un cube) de rayon $\frac{r}{2}$, ces boules occupent presque tous l'espace (les cubes en forment presque une partition). On remplace donc dans le modèle r par αp_0 où α est une constante fixée à partir des premières simulations.

Les cinq autres paramètres, p_0 , M , m , λ_y et λ_z seront fixés au cours des différentes séries de simulations dans l'étape d'optimisation (paragraphe suivant).

2.2.1.2 Écriture du critère Avec les notations suivantes :

- I désigne l'image (3D) simulée, $(I_i)_{i \in \{1..10\}}$ les coupes 2D de I et I_x et I_z les images 2D de morphologies respectivement allongée et isotrope.

- les $(f_j)_{j \in J}$ désignent les densités granulométriques dans les quatre directions $(0, \pi, \frac{\pi}{2}, \frac{3\pi}{4})$, pour l'austénite et la ferrite (lissées et rapportées à la traversée moyenne dans la direction perpendiculaire à la direction d'allongement, 0 par convention, cumulée sur l'austénite et la ferrite), et la covariance (rapportée à $\lambda = 1$). (card $J = 9$).

$k \geq 1$ une constante de pondération qui donne une plus grande importance à l'image anisotrope I_x .

- θ_1 désigne le sous-ensemble des paramètres θ qui reste à ajuster en minimisant J .

$$J(\theta_1(I)) = \sum_{i \in I, j \in J} \int (f_j(I_i) - f_j(I_x))^2 + k \sum_{i \in I, j \in J} \int (f_j(I_i) - f_j(I_z))^2$$

Nous avons choisi pour les images de référence ci dessus $k = 0, 2$. Ce choix forcément subjectif favorise dans ce cas la ressemblance des coupes anisotropes à celle des coupes isotropes. Cela peut être différent pour d'autres choix de références d'images réelles. Nous avons constaté que si nous augmentons k , la ressemblance des coupes isotropes augmente, au grand détriment des coupes anisotropes.

Bien sûr nous savons que la connaissance des densités granulométriques et de la covariance ne suffit pas à connaître toute la loi, ni même à la caractériser suffisamment. Nous n'avons pas trouvé d'autre variables morphologiques 3D caractéristiques des différences entre morphologies d'origine différente (fabricant différent en particulier), mais nous pourrions sûrement en trouver en 2D pour caractériser différentes morphologies 2D (par exemple plus ou moins anisotropes, plus ou moins connectées, de frontières plus ou moins lisses, etc...) d'un même échantillon par exemple, qui seraient très utiles pour l'inférence de ce modèle mathématique.

2.2.2 Optimisation

Les sources de nos difficultés sont :

- le temps de calcul d'une simulation, il faudra se restreindre en nombre d'évaluations du critère.
- le nombre de paramètres à ajuster, il faudra "se débarrasser" des paramètres les moins influents.
- le caractère aléatoire des simulations (l'ergodicité théorique a été établie, mais en pratique, la limite n'est sûrement pas atteinte). Le critère est donc bruité, il ne faudra pas chercher un minimum d'une précision supérieure à l'amplitude du bruit.

- les paramètres sont contraints (par définition, trois d’entre eux sont des proportions, les deux autres sont positifs). Au voisinage de certaines de ces limites, le critère comme le modèle perdent de leur sens, ce qui se traduit au voisinage de ces contraintes par un comportement fortement non linéaire du critère (et par un temps de calcul de l’ordre de plusieurs jours!). Ces limites ne doivent pas être atteintes ni trop approchées.

Les deux premiers points nous contraindront à faire des choix parmi les paramètres à optimiser et à utiliser des algorithmes d’optimisation adaptés. Les deux autres points nous permettront d’utiliser ces algorithmes sans que nous puissions en profiter pleinement.

Plus précisément, en ce qui concerne le choix des paramètres, rappelons que nous avons déjà fixé trois paramètres mathématiques. Il nous en reste cinq, dont deux pour lesquels nous pouvons déjà penser qu’ils n’ont pas une très forte influence (p_0 et M au vu des premières simulations). Notons bien qu’à part le paramètre p de teneur en austénite, les paramètres devraient être optimisés simultanément. Très généralement, un algorithme d’optimisation est d’autant plus performant qu’il y a peu de paramètres à optimiser (surtout dans un cas non linéaire, non quadratique), et de plus dans notre cas, les simulations sont vraiment longues à réaliser. Il nous faut à la fois choisir les paramètres les plus sensibles d’une part et un algorithme d’optimisation peu coûteux en nombre d’évaluations du critère, c’est à dire en nombre de simulations.

Nous commencerons par donner les grandes lignes des algorithmes que nous avons utilisés puis nous exposerons les résultats pratiques que nous avons obtenus.

2.2.2.1 Principe des méthodes

- La première phase est exploratoire de type plan d’expérience, nous avons choisi de faire varier quatre paramètres (M , m , λ_y , λ_z) parmi les cinq restants. Ils prennent trois valeurs chacun ce qui donne 81 simulations différentes.

Le choix de ces trois valeurs s’est fait à partir des premières simulations (en observant le comportement des simulations en fonction des paramètres).

Nous avons fixé le paramètre p_0 (proportion de germes) pour deux raisons. La première est que trois valeurs pour un cinquième paramètre exigerait un nombre total de 243 simulations faisant passer le temps de simulation de deux semaines à beaucoup plus de temps qu’il ne nous en restait.

La deuxième est que p_0 a un effet d'échelle essentiellement (on peut remarquer qu'en espace continu, le processus du modèle serait "invariant" par changement d'échelle, et p_0 aurait donc uniquement un effet d'échelle). Comme notre critère ne tient pas compte du paramètre de taille, on peut espérer que si l'effet de discrétisation n'est pas trop fort en particulier, on pourra raisonnablement dans un premier temps fixer ce paramètre, quitte à vérifier que nous n'avons pas sous-estimé son influence par la suite. Pour fixer ce paramètre, on prend une valeur qui au vu des premiers essais donne une finesse de la morphologie de l'image simulée proche des images réelles auxquelles on la compare).

- La deuxième phase, d'approche, est une stratégie de descente ("steepest ascent", du type surface de réponse, dans le cas d'un maximum exposé par exemple par Box et Draper dans [Dra86]). Il s'agit de chercher le minimum dans la direction de plus grande descente donnée par le gradient calculé à partir des valeurs prises sur les sommets d'un cube (plus son centre) en dimension 4 ici.

Il faut en particulier au cours de cette phase s'assurer que l'estimation linéaire est judicieuse (il s'agit de rejoindre à grands pas la zone où se trouve le minimum). Si on est déjà dans la région du minimum et qu'une approche plus fine, par exemple quadratique est plus adéquate, il ne faut pas s'en contenter.

Dans le cas où les paramètres sont contraints, la direction de descente est simplement projetée sur la contrainte (pour la méthode du gradient projeté, voir [Cul94], [Wri81]). Nous aurons recours à cette projection pour un paramètre, λ_z , mais nous ne pourrons le faire pour deux autres, m et λ_y dont les contraintes correspondent à des valeurs qui dénaturent le modèle.

- La troisième phase est un algorithme proposé pour un critère bruité sur une grille de paramètres contraints par [Neu95]. le principe de cet algorithme est de chercher un minimum en trois étapes : recherche d'un minimum sur les frontières, puis recherche itérative sur une grille de pas a priori adéquat, par approximations quadratiques, avec la remise à jour du pas de la grille lorsque la deuxième étape ne permet plus de descendre vers le minimum. Le fait d'utiliser une grille permet de ne pas être piégé dans un minimum local trop rapidement, ainsi que d'atténuer les effets du bruit du critère.

2.2.2.2 Résultats

1. Les 3^4 points correspondant à 3 valeurs pour chacun des 4 paramètres $M, m, \lambda_y, \lambda_z$ donnent 67 valeurs du critère, 14 simulations ou calculs du critère sont écartés (ces simulations présentent une morphologie sans intérêt, les valeurs des paramètres mathématiques étaient mal ciblées malgré les premiers essais assez nombreux qui avaient déjà été faits).

On peut conclure de ces premiers résultats :

- que la variation de J dans cette zone est très forte
 - qu'il ne se présente pas de direction de descente évidente.
 - qu'une des contraintes sur λ_z est sûrement active : on a $0.5 \leq \lambda_z < 1$, car λ_z représente le coefficient d'anisotropie entre les deux axes orthogonaux à l'axe d'allongement, et les meilleures valeurs de J se trouvent pour $\lambda_z = 0.5$. Nous confirmerons cette hypothèse dans la phase suivante.
 - que le paramètre M semble avoir très peu d'influence.
 - que les paramètres m et λ_y semblent donner de meilleurs résultats pour J lorsqu'ils se rapprochent pour le premier de sa plus faible valeur ($m = 0.05$, sachant que $0 < m < 1$) et pour le second de sa plus forte valeur ($\lambda_y = 0.99$ sachant que $\frac{1}{3} < \lambda_y < 1$).
 - que les meilleures valeurs sont donc proches d'une "arête" (intersection de deux faces) du cube en dimension 4 et que nous serons amenés à sortir de cette première grille alors que nous pensions avoir majoré et minoré les valeurs possibles des paramètres dans notre premier choix des 81 valeurs.
2. A partir des premiers résultats, on cherche à utiliser la méthode de descente citée plus haut.

Nous avons utilisé cette méthode à quatre reprises, et en particulier pour la première nous avons réintroduit le paramètre p_0 pour vérifier la faible importance de son influence.

Nous avons choisi quatre jeux de valeurs des paramètres mathématiques, sur des cubes (plus le centre). Nous ne rentrerons pas dans le détail de ces quatre tentatives, expliquons cependant pourquoi elles n'ont pas abouti à la détermination d'une direction de descente et les différentes conclusions que nous en avons tirées.

- Nous ne sommes sûrement pas dans le bon cadre pour utiliser cette méthode : les variations sont très fortes, et l'approximation

linéaire est souvent trop grossière (parfois la direction de descente obtenue nous mène en dehors des contraintes par exemple).

D'autre part nous sommes bien convaincus que nous ne pouvons nous contenter d'approximations linéaires, car en particulier les directions de descente sont contradictoires selon les plans d'expérience; nous avons certainement déjà cerné la zone où se trouve le minimum que nous cherchons, et une telle phase d'approche est alors inutile.

- Une contrainte est active sur λ_z et nous fixerons désormais ce paramètre à sa borne minimum $\lambda_z = 0.5$.

D'autre part M est très peu influent, et cela se comprend comme pour p_0 du fait que son effet est essentiellement lié à la discrétisation. Nous fixons donc M à sa valeur maximale en 1.

A ce stade il ne nous reste plus que 2 paramètres à optimiser.

3. Avant de nous lancer dans la troisième méthode, et même si celle-ci ne donne aucune indication sur la précision que l'on peut en exiger compte tenu du fait que le critère est bruité, nous avons commencé par comparer l'écart type des évaluations de J pour 5 simulations pour des paramètres identiques avec l'écart-type des 5 meilleures évaluations de J . Le rapport du premier sur le deuxième écart-type est de 3.5, nous pouvons donc penser que nous risquons d'avoir atteint l'échelle de discrétisation à partir de laquelle le bruit ne nous permettra plus de déterminer avec précision le minimum que nous cherchons. Bien sûr, l'algorithme est conçu pour des fonctions bruitées, et il faudrait l'essayer pour savoir s'il peut être efficace ici.

C'est pour une question de manque de temps que nous n'appliquons pas cet algorithme, car en particulier il faudrait l'adapter à nos contraintes qui sortent du cadre dans lequel il est défini.

Nous présentons donc l'image simulée 3D qui minimise le critère actuel. Nous l'avons un peu lissée pour la rendre plus présentable en 3D. Un traitement d'image serait en fait fort utile en fin de simulation (donc à greffer au modèle également) pour lisser et faire ressortir les caractéristiques communes des images réelles et simulées, mais nous n'avons pas eu le temps d'en implanter.

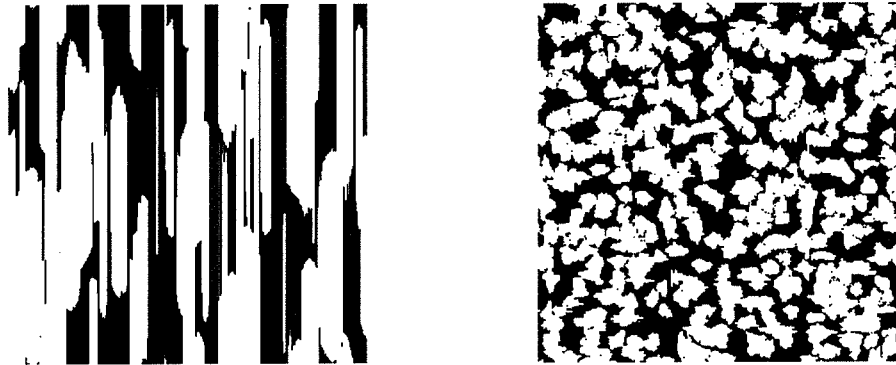


FIG. 5.2 – coupes de l'image simulée minimisant le critère.

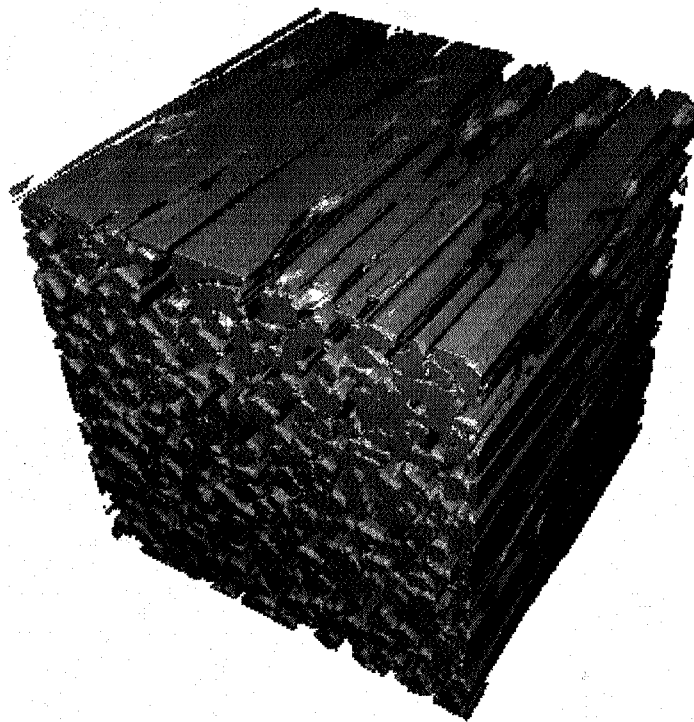


FIG. 5.3 – visualisation 3D de la ferrite de l'image simulée minimisant le critère.

3 Conclusion

Nous avons construit un modèle probabiliste 3D de la morphologie de la microstructure, en imitant globalement ses mécanismes de formation, et nous pouvons obtenir des réalisations de ce modèle, des images simulées. Nous ne savons pas calculer la loi de ce modèle, mais ses propriétés nous ont permis d'utiliser les simulations pour l'inférence du modèle.

Nous avons commencé cette inférence en trouvant, pour deux images réelles (du coude EK), une image 3D simulée la plus proche possible au sens d'un critère de ressemblance morphologique construit à partir des mesures de granulométrie et de covariance proposées au chapitre 2.

Il faudrait pour achever l'inférence, continuer à déterminer le domaine de variation des paramètres mathématiques en utilisant les nombreuses images 2D pour différents aciers austénoferritiques de fabricant et de composition chimique différents.

Ce modèle pourrait ainsi être utilisé en relation avec un modèle de résilience comme nous l'avons dit au chapitre précédent, mais aussi pour mieux caractériser la morphologie 3D. C'est d'une part par manque de temps et d'autre part par manque de données de résilience que nous ne le ferons pas.

Le modèle pourrait encore être utilisé pour simuler le comportement à rupture microscopique du matériau, la propagation d'une fissure dans la ferrite par exemple.

Conclusion

Le double objectif de cette étude était de caractériser la morphologie de la microstructure par quelques variables, susceptibles d'expliquer la dispersion jugée trop importante des caractéristiques mécaniques macroscopiques du matériau, puis d'établir une relation entre ces variables et la résilience en particulier.

L'étude qualitative de la structure de solidification à l'échelle microscopique nous a permis, par l'observation d'images 2D et d'une image 3D, et par des mesures d'orientation cristallographique, de mieux appréhender la morphologie de la microstructure 3D.

Ainsi nous avons pu proposer des grandeurs morphologiques caractéristiques (taille et agencement) susceptibles d'influencer le comportement mécanique macroscopique du matériau.

L'utilisation de la morphologie mathématique a ensuite permis de préciser et de fournir des mesures de ces grandeurs caractéristiques : densité granulométrique résumée par la variable morphologique de taille, et covariance pour l'agencement.

Une modélisation de la résilience en fonction du vieillissement de l'acier et de la température d'essai a permis de mettre en évidence le rôle de la variable morphologique de taille aux faibles et moyens vieillissements. Le modèle ne permet pas de conclure sur son influence aux forts vieillissements par manque de données.

Le modèle mathématique 3D permet de simuler des images 3D dont les coupes 2D ont une morphologie biphasée proche au sens de la densité granulométrique et de la covariance des images 2D réelles.

Nous espérons trouver, en observant la morphologie des aciers coulés par des fabricants différents (pour la même composition chimique), une grandeur

caractéristique à l'échelle microscopique de leur différence, manifeste en ce qui concerne leur résilience.

Nous n'avons pu en observer à cette échelle. La différence de ces deux matériaux se manifeste peut être à l'échelle inférieure, l'agencement des sous-grains, voire l'orientation tout simplement de l'austénite en particulier joue peut être un rôle. À cette échelle, il n'est ni facile de réaliser des images précises et assez grandes à la fois, ni d'y mesurer l'orientation des sous-grains.

Les données de résilience aux forts vieillissements ne sont pas suffisantes pour proposer un modèle de résilience qui tienne compte quantitativement de la variable morphologique de taille et qui pourrait alors être couplé avec le modèle mathématique de morphologie biphasée 3D.

Ce modèle 3D pourrait néanmoins, une fois l'inférence statistique achevée, être utilisé à la fois pour observer la microstructure en 3D, mais aussi pour être couplé avec des modèles de mécanique, par exemple de propagation d'une fissure à l'échelle microscopique.

Bibliographie

- [Aka78] H. Akaike. *Times series analysis and control through parametric models*. D.F. Findley, 1978.
- [Bre92] L. Breiman. *Probability*. SIAM, 1992.
- [Car92] A. Antoniadis J. Berruyer R. Carmona. *Régression non linéaire et applications*. Economica, 1992.
- [Cha90] J. Champredonde. *Etude et comparaison des méthodes de dosage de la ferrite dans les aciers inoxydables biphasés de type austéno-ferritiques*. C.N.A.M., 1990.
- [Che85] M. Coster J.L. Chermant. *Précis d'analyse d'image*. Paris, CNRS Ed., 1985.
- [Cox64] G.E.P. Box D.R. Cox. *An analysis of transformations*. Journal of the Royal Statistical Society, Ser.B, 1964.
- [Coz] J. Le Coze. *Solidification des corps purs et des alliages*. Cours de l'EMSE.
- [Cul94] J.C. Culioli. *Introduction à l'Optimisation*. Ellipses, 1994.
- [Dra86] G.E.P. Box N.R. Draper. *Empirical model-building and response surface*. Wiley, 1986.
- [Dri92] J. Driver. *Transformations de phase*. 1992. Cours de l'EMSE.
- [Duf82] D. Dacunha-Castelle M. Duflo. *Probabilités et statistiques*. Masson, 1982.
- [Ful87] W.A. Fuller. *Measurement error models*. Wiley, 1987.
- [Hol72] R. Holley. Markovian interaction processes with finite range interactions. *Ann. Math. Statistics*, pages 1961–1967, 1972.

- [Jol92] P. Joly. *Etude de la rupture d'aciers inoxydables austéno-ferritiques moulés, fragilisés par vieillissement à 400° C.* Ecole des Mines de Paris, 1992. thèse de doctorat.
- [Mae93] J. Barralis G. Maeder. *Précis de métallurgie.* Nathan, 1993.
- [Mas90] J.P. Massoud. *Caractérisation métallurgique à l'état de réception et après vieillissement jusqu'à 3000 h d'un coude moulé et de ses lingotins d'essai en acier inoxydable austéno-ferritique au molybdène de type Z3 CND 20.09 M fabriqués par Manoir industrie.* E.D.F., 1990. note interne.
- [Mat60] B. Matern. *Spatial Variation.* Meddelanden från Statens Skogsforskningsinstitut, 1960.
- [Mat75] G. Matheron. *Random sets and integral geometry.* New York, John Wiley and Sons, 1975.
- [Mat94] M. Schmitt J. Mattioli. *Morphologie Mathématique.* Masson, 1994.
- [Mau93] C. Maurice. Textures, analyse et mécanismes. In *Évolutions microstructurales au cours de traitements thermomécaniques.* colloque SF2M, 1993. CEMEF 18-19 novembre.
- [Mec85] D. Stoyan W.S. Kendall J. Mecke. *Stochastic Geometry and its Applications.* Wiley, 1985.
- [Mes96] L. Messiaen. Rapport d'avancement de thèse, 1996. RR.96.8.
- [Neu95] C. Elster A. Neumaier. A grid algorithm for bound constrained optimization of noisy functions. *IMA journal of Numerical Analysis*, (15):585-608, 1995.
- [Rob96] C. Robert. *Méthodes de Monte Carlo par chaînes de Markov.* Economica, 1996.
- [Sap90] G. Saporta. *Probabilités, Analyse de données et Statistique.* Technip, Paris, 1990.
- [Ser82] J. Serra. *Image Analysis and Mathematical Morphology.* London, Academic Press, 1982.
- [Ser88] J. Serra. *Image Analysis and Mathematical Morphology, Volume 2: theoretical advances.* London, Academic Press, 1988.

- [Ser90] J.N. Mialet P. Salembier J. Serra. *Cours de Morphologie Mathématique*. CMM, Ecole des Mines de Paris, 1990.
- [Smi81] N.R. Draper H. Smith. *Applied Regression Analysis*. Wiley, New York, 1981. second edition.
- [Tas89] P. Tassi. *Méthodes statistiques*. Economica, 1989. 2ème édition.
- [Tem72] A.A. Tempel'man. Ergodic theorems for general dynamical systems. *Trans. Moscow Math Society*, 26:94–132, 1972.
- [Tho91] J.A. Brooks A.W. Thompson. Microstructural development and solidification cracking susceptibility of austenitic stainless steel welds. *International Material Reviews*, 36(1):16–44, 1991.
- [Ver95] B. Verhaeghe. *Etude microstructurale des modes de déformation et de rupture d'un aciers austénoferritique vieilli thermiquement*. Institut National Polytechnique de Grenoble, 1995. thèse de doctorat.
- [Wat88] D.M. Bates D. G. Watts. *Nonlinear Regression Analysis and its applications*. Wiley, New York, 1988.
- [Wri81] P.E. Gill W. Murray M.H. Wright. *Practical optimization*. Academic Press, 1981.

